

**Strukturchemische Untersuchungen an Komplexen von Kronenethern und
verwandten Liganden mit Verbindungen der Elemente der
II. Nebengruppe**

**vorgelegt von
Diplom-Chemiker
Sven Wiese
aus Berlin**

Von der Fakultät II
- Institut für Chemie -
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Naturwissenschaften
- Dr. rer. nat. –

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss :

Vorsitzender : Prof. Dr. rer. nat. Jürgen Starnick
Berichter : Prof. Dr.-Ing. Joachim Pickardt
Berichter : Prof. Dr. rer. nat. Martin Lerch

Tag der wissenschaftlichen Aussprache : 10.02.2004

Berlin 2004

D83

Erklärung über Publikationen die Teile der vorliegenden Dissertation enthalten

Einige der in der vorliegenden Arbeit vorgestellten neu charakterisierten Verbindungen wurden bereits in den folgenden Publikationen veröffentlicht :

J. Pickardt, S. Wiese, L. von Chrzanowski und M. Borowski

"Untersuchungen über Iodomercurate : Kristallstrukturen von Bis[di(12-krone-4)lithium]-octaiodotrimercurat(II) und catena-Poly{ di[benzo-15-krone-5]kalium]pentaiododimercurat(II)} mit neuen Iodomercurat-Anionen und ein Lanthan(III)-tetraiodomercurat(II), $[\text{La}_6(\text{OH})_8(\text{O})(\text{H}_2\text{O})_{24}][\text{HgI}_4]_4$ mit einem sechskernigen Komplexkation"

Z. Anorg. Allg. Chem. 2000, 626, 2096-2102

J. Pickardt, S. Wiese

"Kristallstrukturen der Komplexe von Quecksilber(II)iodid und – thiocyanat mit 1,13-Bis(8-chinoly)-1,4,10,13-pentaoxatridecan ("Kryptand 5")"

Z. Naturforsch. 55b, 971-974 (2000)

Abstract

Wiese, Sven

Strukturchemische Untersuchungen an Komplexen von Kronenethern und verwandten Liganden mit Verbindungen der Elemente der II. Nebengruppe

Einkristalle der Halogenid- und Pseudohalogenid-Salze der Metalle Cadmium und Quecksilber mit Kronenethern und verwandten Kryptanden wurden synthetisiert und ihre Struktur mit Hilfe der Röntgenstrukturanalyse aufgeklärt.

Die so erhaltenen Kristallstrukturen wurden mit aus der Literatur bekannten Verbindungen in Bezug auf Bindungslängen und -winkel, Koordination der Zentralatome und Aufbau des Kristallgitters verglichen.

Es bildeten sich in einer Vielzahl der untersuchten Verbindungen die unspezifisch in Gegenwart komplexer Kationen auftretenden Hexaiododimercurat und -cadmat Anionen. Mit dem Liganden 12-Krone-4 wurde ein bisher unbekanntes diskretes Octaiodotrimercurat(II)- und ein Decaiodotetramercurat(II)-Ion erhalten.

Ein polymeres Iodomercurat wurde in der Verbindung Di(benzo-15-krone-5)-kaliumpentaiododimercurat (II) dargestellt.

Vergleichbare Verbindungen mit kettenförmigem Aufbau wurden in einigen weiteren Strukturen der Liganden Kryptand 5, Kryptand 22, Benzo-18-krone-6 und Benzo-15-krone-5 erhalten.

Netzwerkartige Strukturen konnten in den Verbindungen (12-Krone-4)bisdicyanomercurat(II), in der isolierte Einheiten des Kronenethers in Kanälen des Quecksilber(II)cyanidnetzwerks fixiert sind und in (18-Krone-6)kaliumtricyanomercurat(II), in der Ketten von Quecksilber(II)cyanid über eine Koordination zum Zentralatom des Kronenethers miteinander verknüpft sind, gefunden werden.

Inhaltsverzeichnis

1. Theoretische Grundlagen der Röntgenstrukturanalyse	1
1.0. Einleitung	1
1.1. Röntgenstrukturanalyse	3
1.1.1. Methoden der Kristallzüchtung	3
1.1.2. Auswahl der Einkristalle	5
1.1.3. Verwendete Geräte	6
1.1.4. Datensammlung und Datenreduktion	8
1.1.5. Strukturlösung und Verfeinerung	10
1.1.6. Absorptionskorrektur	13
1.1.7. Beurteilung der Ergebnisse der Strukturanalyse	14
2. Edukte und Produkte der Kristallzüchtungsversuche	16
2.0. Übersicht der verwendeten Liganden und Schwermetallsalze	16
2.1. Übersicht der verwendeten Liganden	18
2.2. Übersicht der untersuchten Verbindungen	19
2.2.1. Komplexe mit 12-Krone-4 und 15-Krone-5	20
2.2.2. Komplexe mit Benzo-15-Krone-5 und Dibenzo-24-Krone-8	21
2.2.3. Komplexe mit Kryptand 22	22
2.2.4. Komplexe mit Kryptand 21	23
2.2.5. Komplexe mit Kryptand 5	24
2.2.6. Komplexe mit 18-Krone-6 und Benzo-18-Krone-6	25
3. Kristallstrukturen der untersuchten Verbindungen	26
3.0. Einleitung	26
3.0.1. Synthese	26
3.0.2. Charakterisierung	26
3.1. Der Komplex Bis[di(12-krone-4)lithium]-octaiodotrimercurat(II)	28
3.1.1. Synthese und Charakterisierung	28
3.1.2. Diskussion der Kristallstruktur	29
3.2. Der Komplex Bis[di(12-krone-4)lithium]-decaiiodotetramercurat(II)	32
3.2.1. Synthese und Charakterisierung	32
3.2.2. Diskussion der Kristallstruktur	33
3.3. Der Komplex (12-krone-4)bisdicyanomercurat(II)	36
3.3.1. Synthese und Charakterisierung	36
3.3.2. Diskussion der Kristallstruktur	37
3.4. Der Komplex Di(15-krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II)	40
3.4.1. Synthese und Charakterisierung	40
3.4.2. Diskussion der Kristallstruktur	41

3.5. Der Komplex Di(benzo-15-krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II)	44
3.5.1. Synthese und Charakterisierung	44
3.5.2. Diskussion der Kristallstruktur	45
3.6. Der Komplex Di(benzo-15-krone-5)kalium-hexaiododicadmat(II)	47
3.6.1. Synthese und Charakterisierung	47
3.6.2. Diskussion der Kristallstruktur	48
3.6.3. Vergleich der isostrukturellen Verbindungen 3.5 und 3.6	50
3.7. Der Komplex Di(benzo-15-krone-5)kalium-pentaiododimercurat(II)	51
3.7.1. Synthese und Charakterisierung	51
3.7.2. Diskussion der Kristallstruktur	52
3.8. Der Komplex catena-(kalium-bis(benzo-15-krone-5)- tris(mu-thiocyanato)-cadmium(II)	55
3.8.1. Synthese und Charakterisierung	55
3.8.2. Diskussion der Kristallstruktur	56
3.9. Der Komplex Tri(dibenzo-24-krone-8)dicäsium-hexaiododimercurat(II)	59
3.9.1. Synthese und Charakterisierung	59
3.9.2. Diskussion der Kristallstruktur	60
3.10. Der Komplex Di(dibenzo-24-krone-8)kalium-hexaiododicadmat(II)	63
3.10.1. Synthese und Charakterisierung	63
3.10.2. Diskussion der Kristallstruktur	64
3.11. Der Komplex Diazonia(18-krone-6)- tetraiodomercurat(II)	68
3.11.1. Synthese und Charakterisierung	68
3.11.2. Diskussion der Kristallstruktur	69
3.12. Der Komplex Diazo(18-krone-6)cadmiumisothiocyanat	72
3.12.1. Synthese und Charakterisierung	72
3.12.2. Diskussion der Kristallstruktur	73
3.13. Der Komplex Diazonia(18-krone-6)-bi(mu-thiocyanato)-cadmium(II)	76
3.13.1. Synthese und Charakterisierung	76
3.13.2. Diskussion der Kristallstruktur	77
3.14. Der Komplex Di(kryptand22)lithium]-hexaiododimercurat(II)	80
3.14.1. Synthese und Charakterisierung	80
3.14.2. Diskussion der Kristallstruktur	81
3.15. Der Komplex Diazonia(15-Krone-5)-hexaiododimercurat(II)	85
3.15.1. Synthese und Charakterisierung	85
3.15.2. Diskussion der Kristallstruktur	86
3.16. Der Komplex [Iodo(diaza-15-krone-5)cadmium(II)]-iodid	89
3.16.1. Synthese und Charakterisierung	89
3.16.2. Diskussion der Kristallstruktur	90

3.17. Der Komplex Bis[iodo(diaza-15-krone-5)cadmium-tetraiodocadmat(II)]	93
3.17.1. Synthese und Charakterisierung	93
3.17.2. Diskussion der Kristallstruktur	94
3.18. Der Komplex Bis[bromo(diaza-15-krone-5)quecksilber-tetrabromomercurat(II)]	97
3.18.1. Synthese und Charakterisierung	97
3.18.2. Diskussion der Kristallstruktur	98
3.19. Der Komplex (1,13-Bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)bis-quecksilber(II)iodid	101
3.19.1. Synthese und Charakterisierung	101
3.19.2. Diskussion der Kristallstruktur	102
3.20. Der Komplex Di(1,13-bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)tetrakis-quecksilber(II)thiocyanat	105
3.20.1. Synthese und Charakterisierung	105
3.20.2. Diskussion der Kristallstruktur	106
3.21. Der Komplex (18-krone-6)kalium-tricyanomercurat(II)	109
3.21.1. Synthese und Charakterisierung	109
3.21.2. Diskussion der Kristallstruktur	110
3.22. Der Komplex (benzo-18-krone-6) kalium-tricyanomercurat(II)	113
3.22.1. Synthese und Charakterisierung	113
3.22.2. Diskussion der Kristallstruktur	114
4. Zusammenfassung	117
5. Anhang	120
6. Literaturverzeichnis	182

1. Theoretische Grundlagen der Röntgenstrukturanalyse

1.0. *Einleitung*

Wellenlängen von Röntgenstrahlen liegen mit 50-230 pm in derselben Größenordnung wie die Atomabstände innerhalb eines Kristalls von 100-300 pm.

Max von Laue sagte voraus, dass deshalb ein Kristall als Beugungsgitter zur Erzeugung von Strahlungsinterferenzen dienen kann. Diese Vorhersage wurde 1912 zusammen mit Walter Friedrich und Paul Knipping [1] erstmals mit der Aufnahme eines Beugungsdiagramms von Kupfervitriol experimentell belegt und damit die Möglichkeit einer Strukturbestimmung von Kristallen gegeben, die als Grundlage die Lage und die Intensität dieser Interferenzmaxima hat.

Röntgenbeugung bezeichnet den Vorgang, bei dem die auf den Kristall auftreffende Röntgenstrahlung mit gleicher Wellenlänge durch Interferenz am Kristallgitter zu in verschiedenen Raumrichtungen gerichteten Reflexen abgelenkt wird.

In der *Röntgenstrukturanalyse* wird aus diesen Reflexen auf die geometrische Anordnung der Atome geschlossen. Daraus werden genaue Aussagen nicht nur über die Zusammensetzung der kristallinen Probe, sondern auch über deren Bindungslängen und Winkel und somit auf Konstitution und Konformation möglich.

Das Streuvermögen von Atomen ist direkt proportional zu ihrer Elektronenzahl und wird durch den Atomformfaktor f ausgedrückt. Es ist also oft nicht möglich, die Positionen von sehr leichten Atomen wie Wasserstoff exakt zu bestimmen, die in diesen Fällen theoretisch berechnet werden müssen.

Maxima der durch Interferenz in Abhängigkeit vom Streuwinkel θ erzeugten Beugung können nur auftreten, wenn der Röntgenstrahl aus ganz bestimmten Richtungen auf den Kristall fällt. Die Braggsche Gleichung interpretiert die Beugungsmaxima geometrisch als die Reflexion der einfallenden Wellen an den Netzebenenscharen hkl des Kristalls. Sie leitet sich als eine Vereinfachung der drei Laue-Gleichungen ab, die die Ausbreitung der an dem dreidimensionalen Translationsgitter des Kristalls gestreuten Wellen in Form von coaxialen Laue-Kegeln

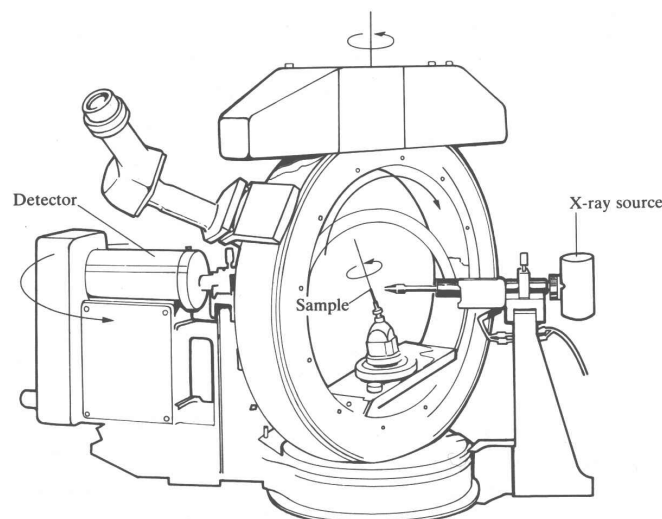
beschreibt, deren Bedingungen in allen drei Raumrichtungen gleichzeitig erfüllt werden müssen und somit Schnittpunkte dieser Kegel bildet.

Es kann nur zu einer positiven Interferenz kommen, wenn der Gangunterschied Δl zwischen einfallender und reflektierter Röntgenstrahlung ein ganzzahliges Vielfache der Wellenlänge λ ist. Daraus ergibt sich das Braggsche Gesetz

$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

Die Methode, die von William Bragg zusammen mit seinem Sohn Lawrence, die gemeinsam 1915, ein Jahr nach Max von Laue, den Nobelpreis für Physik erhielten, entwickelt wurde, benutzt einen Einkristall und monochromatische Röntgenstrahlung. Von Laue selbst begann seine Untersuchungen an Einkristallen mit breitbandiger Röntgenstrahlung um das Problem der Orientierung des Kristalls zu umgehen, während Peter Debye und Paul Scherrer eine gepulverte Probe und monochromatische Strahlung verwendeten. Diese Pulvertechnik erlaubt eine für die quantitative Analyse geeignete Aufnahme eines „Fingerabdrucks“, kann aber nicht die Vielzahl genauer Informationen der Einkristall-Technik liefern.

Historisch betrachtet wurde mit Natriumchlorid 1913 die erste Kristallstruktur aufgeklärt [2]. Obwohl die Technik zunächst auf einfache anorganische Salze und Mineralien beschränkt blieb, ermöglichte die Einführung leistungsfähiger Computersysteme die Anwendung auf immer komplexere Systeme, was auch zu großen Anstrengungen führte, Einkristalle biologisch relevanter Moleküle wie zB. Proteine zu erhalten. Im Gegensatz zu den Anfängen der Röntgenstrukturanalyse ist heute nicht mehr der eigentliche Rechenvorgang, sondern die Züchtung von messbaren Einkristallen der geschwindigkeitsbestimmende Schritt.



1.1. Röntgenstrukturanalyse

1.1.1. Methoden der Kristallzüchtung

Der *Idealkristall* ist eine regelmäßige Anordnung von kleinsten Kristallbausteinen, den Elementarzellen, in Form eines Translationsgitters, in dem alle Bausteine die Symmetrie genau einer der 230 möglichen Raumgruppen aufweisen. Alle äquivalenten Punktlagen sind durch die gleiche Atomsorte vollständig belegt.

In der Praxis ist ein solcher Kristall nicht darzustellen. Der *Realkristall*, mit dem gearbeitet werden muss, weist meist eine gewisse Menge von Kristallbaufehlern auf, deren Zahl durch sorgfältige Wahl der Reaktionsbedingungen minimiert werden muss.

Die sogenannten *Punktdefekte* sind nicht durch die Wahl der Versuchsbedingungen im Labor zu beeinflussen. Es handelt sich um atomare Baufehler, wie den Einbau von Fremdatomen, die Bildung von Mischkristallen, sowie die Entstehung von Leerstellen, die zu Schottky- und Frenkel-Fehlern führen können.

Entlang von Versetzungslinien kann es zu *Liniendefekten*, wie Stufen- oder Schraubenversetzungen kommen.

Flächendefekte können durch ein optimales Kristallwachstum gering gehalten werden. Eine Verzwillingung ist eine symmetrisch zueinanderliegende Verwachsung bestimmter Kristallbereiche. Unvermeidbar ist das Auftreten von Kleinwinkelkorngrenzen, der Mosaikstruktur des Kristalls, in der kleine Bereiche um geringe Winkel gegeneinander versetzt sind. Die Stärke dieser Störungen ist in den meisten Fällen erst im Verlauf der Messung erkennbar.

Im makroskopischen Bereich können Risse und Sprünge, Einschlüsse, die Ausbildung von Plättchen oder Nadeln eine Messung schon vorab unmöglich machen.

In der vorliegenden Arbeit wurden Kristallzüchtungsversuche mit Hilfe dreier unterschiedlicher Vorgehensweisen, der Verdunstungsmethode, der Überschichtungsmethode und der Temperaturgradientenmethode unternommen.

Unter der Verdunstungsmethode versteht man, dass Lösungen der Edukte (Schwermetallsalz und Liganden) in gleichen oder zumindest gut mischbaren Lösemitteln zusammengegeben werden. Die resultierende Lösung wird langsam zum Verdunsten gebracht, und so die Konzentration erhöht, bis es zur Übersättigung und einer Keimbildung kommt. Auf diese Weise wurden von den meisten der hier untersuchten Verbindungen Einkristalle erhalten.

Bei der Überschichtungsmethode werden Lösungen in schlecht mischbaren Lösemitteln überschichtet. An der Grenzfläche kommt es durch langsame Diffusion zu einer Anreicherung und durch die Erhöhung der Konzentration zu einer Keimbildung. Damit die Diffusion verlangsamt wird, kann eine Zwischenschicht eines reinen Lösemittels mittlerer Dichte eingefügt werden.

Die Temperaturgradientenmethode bedient sich der Änderung der Löslichkeit bei verschiedenen Temperaturen. Ähnlich der Verdunstungsmethode wird eine die Edukte enthaltende warme Lösung hergestellt, die in einem Dewargefäß langsam auf Raumtemperatur abgekühlt wird. Dabei sinkt die Löslichkeit des Reaktionsproduktes und die Lösung übersättigt sich.

Allgemein muss darauf geachtet werden, dass weder die Keimbildungsgeschwindigkeit, noch die Wachstumsgeschwindigkeit der Kristalle zu hoch gewählt wird, um die Entstehung von Kristallbaufehlern nach Möglichkeit zu vermeiden. Die Verwendung von neuen Becher- und Reagenzgläsern kann durch deren glattere Oberfläche dafür sorgen, dass die Zahl der gebildeten Kristallkeime gering gehalten wird. Wenn die Bildungsgeschwindigkeit der Keime größer als das Wachstum werden sollte, entstehen statt der gewünschten Einkristalle verwachsene Zusammenballungen kleiner Kristallite. Es ist meist nicht möglich, aus diesen Konglomeraten zur Messung geeignete Stücke herauszutrennen.

1.1.2. Auswahl der Einkristalle

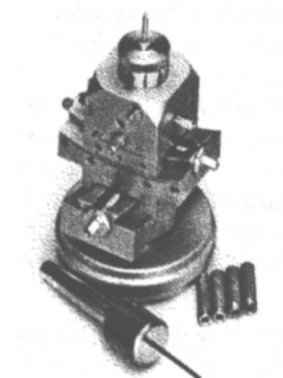
Unter der Vielzahl der gebildeten Kristalle wird eine optische Vorauswahl getroffen, da nur eine Kantenlänge von 0,3-0,8 mm garantiert, dass der Kristall komplett in einem Bereich konstanter Intensität des Röntgenstrahls liegt. Sehr schwach streuende Kristalle können zur Erhöhung der Intensität diese Größe geringfügig übersteigen, diejenigen mit hohen Absorptionskoeffizienten sollten mit etwas geringerer Kantenlänge gemessen werden. Außerdem sollte der Kristall glatte Flächen und scharfe Kanten, sowie keine Risse, Sprünge oder gar Einschlüsse aufweisen.

Zu große Kristalle können, falls keine geeigneten Exemplare vorhanden sind, auch geschnitten oder abgeschliffen werden. Dabei kann es allerdings durch die mechanische Beanspruchung zu zusätzlichen Kristallfehlern kommen.

Unter dem Polarisationsmikroskop kann, solange es sich nicht um Kristalle kubischen Typs handelt, die optisch isotrop sind, schnell festgestellt werden, ob Einkristalle vorliegen.

Der Kristall wird im polarisierten Durchlicht mit einem zweiten drehbaren Polarisationsfilter vor dem Objektiv betrachtet. Durch die Einstellung gekreuzter Polarisationslinien wird ein Dunkelfeld erzeugt, in dem der Kristall bei Drehungen um 90° abwechselnd hell aufleuchtet und ausgelöscht ist. Leuchtet der Kristall stattdessen bunt auf, so handelt es sich um Interferenzerscheinungen an Phasengrenzen und somit nicht mehr um einen verwendbaren Einkristall.

Nach der Auswahl von drei geeigneten Einkristallen der Verbindung werden diese mit Zweikomponenten-Kleber auf einen dünnen Glasfaden geklebt, der an einem kleinen Metallröhrchen befestigt ist und auf den Goniometerkopf aufgesetzt werden kann.



1.1.3. Verwendete Geräte

Für die Datensammlung wurden drei verschiedene Typen von Röntgendiffraktometern eingesetzt. Die ersten Messungen wurden auf den Geräten Syntex P2₁ der Firma Nicolet [3] und CAD4 der Firma Enraf-Nonius [4] durchgeführt. Der überwiegende Teil der Arbeiten erfolgte am Smart-CCD Diffraktometer der Firma Siemens [5].

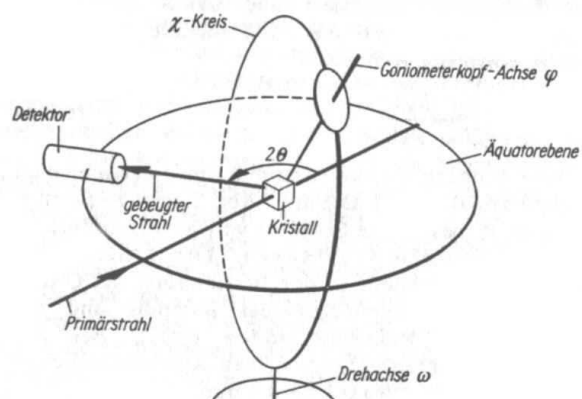
Sowohl Syntex P2₁ und CAD4 sind 4-Kreis-Diffraktometer, die allerdings auf verschiedenen Konstruktionsprinzipien basieren.

Das Syntex P2₁ hat die Vollkreis-Eulerwiegen-Geometrie als Basis, in der ein ω -Kreis in horizontaler Ebene drehbar ist.

Senkrecht darauf ist der χ -Kreis aufgesetzt, an dessen Innenseite der Goniometerkopf auf einem Schlitten vertikal kreisen kann und im ϕ -Kreis um seine Achse rotiert. Das Zählrohr ist auf dem 2θ -Kreis montiert, der coaxial zum ω -Kreis angelegt ist.

Ein Problem dieser Anordnung ist die durch die Dicke des χ -Arms, auf dem sich der Schlitten bewegt,

entstehende Abschattung von Winkeln im ω -Kreis und gleichermaßen die Schwierigkeit einer Montage des Kühlfingers für Tieftemperaturmessungen. Anfahrbare sind die vier Winkel für den ϕ - und χ -Kreis 0°-360°, für ω mit -72° bis 72° und θ mit -55° bis 79°.



Eulerwiege im Vierkreisdiffraktometer

Das CAD4 bedient sich der Kappa-Geometrie, in der die ω - und 2θ -Kreise auf gleiche Art angeordnet sind, der χ -Kreis dagegen durch einen 50° gegen die Horizontale geneigten Arm, den κ -Kreis ersetzt wird. Die ϕ -Achse des Goniometerkopfes ist auf diesem Arm befestigt und gleichermassen um 50° geneigt. Diese Anordnung ermöglicht einen leichten Zugang von oben, um zusätzliche Anbauten, wie z.B. die eines Kühlfingers, zu ermöglichen. Während der ω -Kreis in allen Winkeln zugänglich ist, ist ein Bereich für Euler-Winkel $\chi > 100^\circ$ nicht mehr erfassbar.



Das Siemens SMART-CCD hat im Gegensatz zum Vollkreis-Eulerwiegen-Diffraktometer einen mit $54,7^\circ$ fixierten χ -Kreis. Die Ausrichtung des Kristalls kann also nur mit Hilfe zweier Kreise (ω -, φ -) erfolgen, die Detektorbewegung läuft ebenfalls über den 2θ – Kreis. Zum Ausgleich der geringeren Beweglichkeit des Goniometerkopfes dient ein spezieller CCD (Charge Coupled Device) -Detektor, der gleichzeitig eine große Zahl von Reflexen in sog. *Frames* registrieren kann. Eine Phosphorschicht im Detektor wird dabei zur Aussendung von Lichtphotonen angeregt, die über Glasfaserkabel auf den CCD-Chip geleitet und dort als elektrische Ladung gespeichert werden. Diese Ladung wird dann abgelesen und zeigt die Reflexstärke proportional zur Intensität der eingefallenen Röntgenstrahlung an.

1.1.4. Datensammlung und Datenreduktion

Bei allen drei Diffraktometern beginnt nach der Zentrierung des Kristalls auf dem Goniometerkopf die Datensammlung mit der Bestimmung der Elementarzelle. Dazu wird eine Orientierungsmatrix aufgestellt, die die Länge der Achsen der Elementarzelle und deren Orientierung in reziproken Einheiten [\AA^{-1}] in einer 3 x 3 Matrix angibt.

Bei der Verwendung des Syntex P2₁ wird mit einem Polaroidfoto eine Drehkristallaufnahme angefertigt, auf der manuell ungefähr 25 Reflexe mit 2x-2y-Koordinaten abgemessen werden. Diese ermöglichen es dem Steuerprogramm, die Reflexe in einer ersten Näherung anzufahren und deren Positionen durch Optimierung der Intensität genau zu bestimmen. Ein Indizierungsprogramm ermittelt dann aus den reziproken Gitterpunkten das Gitter mit seinen reziproken Achsen und somit die Orientierungsmatrix.

Das CAD4 sucht dagegen selbsttätig den reziproken Raum nach diesen 25 Reflexen ab und indiziert diese, um ebenfalls eine Orientierungsmatrix zu erhalten.

Die reduzierte Zelle zeigt danach das Kristallsystem und die tatsächliche Elementarzelle an. Die Messung wird durch ein Computerprogramm gesteuert, das auf dem ω -Kreis eine Position kurz vor dem erwarteten Reflex ansteuert. Der Röntgenstrahl wird aktiviert und die Position über einen Winkel $\Delta\omega$ überstrichen, so dass die Intensität bei der Annäherung an den Reflex zunächst zunimmt und auf den Wert des Untergrunds abfällt, wenn der Bereich des Reflexes verlassen wird. Je schlechter die Qualität des Einkristalls ist, desto weniger deutlich hebt sich das Intensitätsmaximum über das Untergrundrauschen hinaus. Ein gut messbarer Kristall weist dagegen ein schmales, symmetrisches Intensitäts-Profil auf.

Der tatsächlich gemessene Winkelbereich ist einerseits vom maximalen Beugungswinkel θ , damit nach oben hin von der verwendeten Strahlung und Streukraft des Kristalls begrenzt und andererseits vom minimalen Beugungswinkel, der zu geringen θ Werten durch die maximal mögliche Annäherung an den Primärstrahl bestimmt wird. In der vorliegenden Arbeit wurde zwischen Thetawinkeln von minimal 0.91° und maximal 30.52° gearbeitet.

Es muss nun in Abhängigkeit von der Raumgruppe ein Teil der Kugel im reziproken Raum vermessen werden. Der zu messende Teil der Kugel nimmt mit steigender Symmetrie von einer Halbkugel bei trikliner Raumgruppe zu einer Achtelkugel im orthorhombischen System ab.

Es ist allerdings von Vorteil einen größeren Bereich zu vermessen, da die symmetrieäquivalenten Reflexe zur Erhöhung der Messgenauigkeit herangezogen werden können.

Da auf dem Syntex P2₁ und CAD4 die Messzeit bei Strukturen niedriger Symmetrie oft recht hoch werden kann, empfiehlt sich besonders bei zersetzungsanfälligen Kristallen die Verwendung von Kontrollreflexen, die in regelmäßigen Abständen automatisch angefahren und auf konstante Streukraft überprüft werden. Auf diese Weise könnte natürlich ebenfalls eine eventuelle Dejustierung des Kristalls erkannt werden.

Im so ermittelten Datensatz werden die Beugungsreflexe mit Millerschen Indices und den Goniometerwinkeln den Intensitäten von Reflex und Untergrund zugeordnet.

Bei der Messung am Siemens SMART CCD beginnen Beurteilung der Kristallqualität und Überlegungen zur optimalen Anpassung der Parameter von Belichtungszeit und Anzahl der *Frames* mit einer Drehkristallaufnahme. Die auf dem in drei orthogonalen Winkeln aufgenommenen Frames gefundenen Reflexe mit einem geeigneten Profil werden indiziert und daraus über eine Kleinste-Fehler-Quadrat Verfeinerung die Orientierungsmatrix, Gitterkonstanten und Bravaisgitter bestimmt, um dann mit der Messung eines Rohdatensatzes zu beginnen. Nach Abschluss der Messung wird die Elementarzelle anhand des kompletten Datensatzes neu bestimmt.

Der gewonnene Rohdatensatz wird nun zur weiteren Arbeit einer *Datenreduktion* unterworfen.

Die gemessenen Intensitäten I_0 , die noch das Untergrundrauschen enthalten und eventuell mit unterschiedlicher Geschwindigkeit vermessen worden sind werden in Nettointensitäten I_{hkl} umgerechnet.

$$I_{hkl} = \frac{I_0 - 2(I_r + I_l)}{t}$$

I_r I_l : rechter bzw. linker Untergrund

Um die zur Auswertung benötigten Strukturfaktoren zu erhalten, müssen zwei zusätzliche Korrekturfaktoren berücksichtigt werden. Der Lorentzfaktor berücksichtigt, dass bei einem ω -Scan mit konstanter Geschwindigkeit eine Abhängigkeit der Zeit in Reflexionsstellung von der Länge des Streuvektors bzw. dessen Eintauchwinkel besteht.

Der unabhängig vom Messgerät, aber durch die Verwendung eines Graphitmonochromators beeinflusste *Polarisationsfaktor* hat meist nur einen geringen Einfluss und beruht auf der winkelabhängigen Abschwächung des senkrecht zur Reflektionsebene polarisiert auftreffenden Röntgenstrahls.

Es ergibt sich demnach ein Strukturfaktor F_0 mit

$$F_0 = \sqrt{\frac{I_{hkl}}{L \cdot P}} \quad \text{mit} \quad L = \frac{1}{\sin^2 2\theta} \quad \text{und} \quad P = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2}$$

L : Lorentzfaktor

P: Polarisationsfaktor

Eine mathematisch genaue Betrachtung kann der einschlägigen Fachliteratur entnommen werden.

Die Datenreduktion erfolgte mit Hilfe verschiedener Computerprogramme;

für die Messungen am Syntex P2₁ mit XDISK [6], am Enraf Nonius CAD4 mit XCAD4 [7] und Siemens SMART CCD mit SAINT [8] .

1.1.5. Strukturlösung und Verfeinerung

Nachdem die Struktur bereits im Verlauf der Messung einer der 12 Lauegruppen zugeordnet werden konnte, müssen nun zunächst weitere Symmetrieeinformationen herangezogen werden, um genauere Aussagen treffen zu können.

Zur Bestimmung, welcher der 230 möglichen Raumgruppen die Struktur zugeordnet werden kann, werden die systematischen Auslöschungen der Reflexe im hkl-Datensatz betrachtet, die als integral, zonal und seriell unterschieden werden . Über die integralen Auslöschungen aller hkl Werte wird das Bravaisgitter bestimmt, die zonalen Auslöschungen der Ebenen 0kl, h0l, hk0 oder hhl zeigen Gleitspiegelebenen senkrecht zu a, b, c und [110] an, serielle Auslöschungen auf den Geraden h00, 0k0, 00l und hh0 zeigen Schraubenachsen parallel zu a, b, c und [110] auf.

Aus den *International Tables for Crystallography* [9] kann nun eine stark eingegrenzte Auswahl möglicher Raumgruppen entnommen werden. Bei der Arbeit am SMART CCD kam dafür das Programm XPREP [10] zu Anwendung, bei den frühen Messungen am Syntex P2₁ wurde das gedruckte Tabellenwerk verwendet.

Unter diesen zur Auswahl stehenden Raumgruppen ist oft eine weitere Eingrenzung möglich, da sich nicht zentrosymmetrische und zentrosymmetrische Strukturen in ihren *E*-Werten unterscheiden. Diese *normalisierten Strukturfaktoren* berechnen sich aus den Strukturamplituden, in dem man die schon zuvor erwähnte Winkelabhängigkeit der Atomformfaktoren durch Erwartungswerte für die jeweiligen Beugungswinkel ausgleicht.

Es gilt dann

$$E^2 = k \frac{F^2}{F_{erw}^2} \quad (k = \text{Skalierungsfaktor})$$

mit

$$F_{erw}^2 = \varepsilon \sum f_i^2 \quad (\varepsilon = \text{Gewichtungsfaktor})$$

Da bei zentrosymmetrischen Strukturen statistisch eine größere Häufigkeit von starken E-Werten durch die vektorielle paarweise Addition der Atomformfaktoren auftritt, ergeben sich für die statistischen Mittelwerte von E^2-1 deutlich unterschiedliche Beträge von 0.74 für nicht zentrosymmetrische und 0.97 für zentrosymmetrischen Strukturen.

Handelt es sich bei der ausgewählten Raumgruppe um eine nicht-zentrosymmetrische, so muss darauf geachtet werden, dass die korrekte absolute Struktur und nicht deren Spiegelbild bestimmt wird. Dies geschieht mit Hilfe des Flack-Parameters [11], der Werte zwischen 0 und 1 annehmen kann, je nachdem, ob es sich um die korrekte Struktur, deren Spiegelbild, oder ein racemisches Gemisch handelt.

Nachdem eine Raumgruppe ausgewählt wurde, beginnt die Strukturlösung mit dem Programm SHELXS-97 [12] (bzw. SHELXS-86 [13]) entweder über *Direkte Methoden* oder die *Patterson-Methode*.

Beide Methoden haben unterschiedliche Ansätze, das *Phasenproblem* zu lösen, das entsteht, weil durch die Messung nur die Intensität (Amplitude der gestreuten Welle) und damit der Betrag von F_o , nicht aber die Phaseninformation ermittelt wird.

Bei den direkten Methoden wird ein Startsatz von Reflexen mit bekannten Phasen aufgestellt und aus den stärksten E-Werten versucht, durch die Suche nach Reflextripletts neue Phasen zu gewinnen. Ist dies für eine ausreichende Anzahl von E-Werten geschehen, wird über eine Fouriersynthese ein vorläufiges Strukturmodell errechnet.

Das Programm SHELXS geht nach der *Multisolutions* Methode vor. Reflexe, die den Startsatz erweitern, erhalten für ihre Phasen einen willkürlichen, durch einen Zufallsgenerator bestimmten Wert. Die Untersuchung aller Permutationen eines solchen großen Startsatzes ist ebenfalls erst durch eine stärkere Rechenleistung ermöglicht worden.

Grundlage für das Prinzip der direkten Methoden ist, dass die Elektronendichte im Kristall keine negativen Werte annehmen kann und in punktförmigen Maxima konzentriert ist. Dieser Zusammenhang wurde von Sayre [14] entdeckt und in der Gleichung

$$F_{hkl} = k \sum_{h'k'l'} F_{h'k'l'} \cdot F_{h-h', k-k', l-l'}$$

angewendet. Der Strukturfaktor eines Reflexes ermittelt sich aus der Summe der Produkte der Strukturfaktoren aller Reflexpaare, für die die Einschränkung gilt, dass sich ihre Indices zu denen des zu ermittelnden Reflexes addieren.

Auch wenn zur Berechnung eines Reflexes nach dieser Gleichung viele andere Reflexe mit ihren jeweiligen Phaseninformationen bekannt sein müssen, kann man sich in einer guten Näherung darauf beschränken, einen starken Reflex nur aus dem Produkt zweier hoher E-Werte zu ermitteln und die Produkte, die schwache Reflexe enthalten zu ignorieren. Diese Produkte starker Reflexe sind damit auch für die Phase des gesuchten Reflexes entscheidend.

Die Suche nach starken Reflextriplets nach der von Karle und Hauptmann entwickelten Methode [15] baut auf der Sayre-Gleichung auf.

Bei einer zentrosymmetrischen Struktur ist für die Lösung des Phasenproblems die Ermittlung des Vorzeichens des Strukturfaktors notwendig. Bei einem Phasenwinkel von 0° (0) liegt ein positives Vorzeichen, bei einem von 180° (π) ein negatives vor. Aus zwei festgelegten Vorzeichen lässt sich das Vorzeichen eines dritten Reflexes ermitteln.

$$S_H = S_{H'} \cdot S_{H-H'}$$

Die Wahrscheinlichkeit einer korrekten Phasenbestimmung mit Hilfe der direkten Methoden nimmt mit zunehmender Anzahl der Atome in der asymmetrischen Einheit ab und stößt bei rund 200 Nicht-Wasserstoffatomen an seine Grenzen.

Die Patterson-Methode verwendet zur Berechnung der Patterson-Funktion die gemessenen F_o^2 -Werte als Koeffizienten für eine Fouriersynthese. Da die Phaseninformation unbekannt ist, wird allein mit den intramolekularen Abstandsvektoren gearbeitet ohne einen Nullpunkt zu kennen.

Die relative Intensität der Maxima wird durch das Produkt der Elektronenzahlen der beteiligten Atome gegeben. Eine Normierung der Patterson-Maxima erfolgt durch einen Skalierungsfaktor in den die Intensität des Nullpunktes mit einem festgesetzten Wert von 999 eingeht.

$$k = \sum \frac{Z_i^2}{999}$$

Durch diese Beziehung zeigt sich, dass die Patterson-Methode wenig dazu geeignet ist, Strukturen mit vielen Atomen ähnlicher Masse (typische organische Verbindungen) zu untersuchen, sondern besser dann angewendet wird, wenn zusätzlich noch einige wenige Schweratome enthalten sind, deren Abstandsvektoren sich gut hervorheben.

Nachdem die Atomkoordinaten für jedes Atom der asymmetrischen Einheit vorliegen, wird mit dem Programm SHELXL-97 [16] im Vollmatrixverfahren über die Methode der Kleinsten-Fehler-Quadrate eine Parameterverfeinerung gegen F^2 vorgenommen.

Die Nicht-Wasserstoffatome werden mit anisotropen Temperaturfaktoren verfeinert, die Wasserstoffatome mit isotropen Temperaturfaktoren ($U_{\text{iso}} = 0.08 \text{ \AA}^2$) unter Annahme idealisierter Positionen eingefügt.

1.1.6. Absorptionskorrektur

Es ist häufig erforderlich, die Strukturfaktoren F_o im Verlauf der Strukturlösung mit einer Absorptionskorrektur weiter anzupassen. Das kann seinen Grund in der Form des verwendeten Einkristalls haben oder in der Art der in der Verbindung enthaltenen Atome.

Beim Durchdringen des Kristalls erfährt der Röntgenstrahl eine Schwächung, die abhängig von der Ordnungszahl der enthaltenen Atome ist und durch den linearen Absorptionskoeffizienten μ [cm^{-1}] angegeben wird. Wenn der Kristall in einer unregelmäßigen Form, z.B. als Plättchen, vorliegt, hat der Röntgenstrahl richtungsabhängig unterschiedlich lange Wegstrecken zu durchlaufen und wird damit auch unterschiedlich stark geschwächt. Da in dieser Arbeit das Augenmerk auf der Untersuchung von Komplexen des Cadmium und Quecksilber lag, war eine solche Absorptionskorrektur gelegentlich auch unabhängig von der Kristallform notwendig und sollte allgemein für Werte von $\mu > 20 \text{ cm}^{-1}$ durchgeführt werden.

Die Schwächung der Intensität bei der Durchdringung der Länge x eines Kristalls kann durch $I = I_0 e^{-\mu x}$ beschrieben werden.

Die beste Möglichkeit, die Auswirkungen dieser Absorption zu berücksichtigen, ist es, eine *numerische Absorptionskorrektur* durchzuführen, bei der eine genaue Vermessung der Kristallform und Indizierung der Flächen notwendig ist. Da die Orientierung jedes Reflexes bekannt ist, wird über die ebenfalls bekannte Wegstrecke der Röntgenstrahlung die gemessene Intensität korrigiert.

Diese Methode ist durch Probleme bei der Vermessung oft nicht durchführbar und berücksichtigt auch nicht die Einflüsse von Klebstoff und Glasfaden. Deshalb wird meist eine empirische Absorptionskorrektur angewandt.

Bei der Messung am Siemens SMART CCD wurde das Programm SADABS [17] benutzt, das die bei Messungen anfallende Datenredundanz durch symmetrieäquivalente Reflexe ausnutzt, deren Mittelwert für die Rechnung verwendet wird. Diese Methode ist erst durch die hohe Messgeschwindigkeit im Gegensatz zu den älteren Modellen Syntex P2₁ und Enraf Nonius CAD4 möglich.

Für die Messungen am Syntex P2₁ besteht die Möglichkeit, die DIFABS-Methode [18] zu verwenden, die nach möglichst gründlicher isotroper Verfeinerung der Struktur die systematischen Unterschiede zwischen den gemessenen Daten F_o und berechneten Daten F_c als Grundlage der empirischen Absorptionskorrektur benutzt. Wenn das angenommene Strukturmodell allerdings einen Fehler aufweisen sollte, so wird dieser im Verlauf der Korrektur ebenfalls unterdrückt – es ist also eine gewisse Vorsicht geboten, bei der Strukturlösung nicht ein gewünschtes Ergebnis zu erzwingen.

1.1.7. Beurteilung der Ergebnisse der Strukturanalyse

Nach erfolgter Strukturlösung muss eine Aussage über die Qualität des erstellten Modells erfolgen. Der mit hundert multiplizierte R-Wert (*residuals* = „Zuverlässigkeitsfaktoren“) gibt die prozentuale Abweichung zwischen den berechneten und beobachteten Strukturfaktoren an, zusätzlich wird eine Angabe über die zu der Berechnung verwendeten Reflexe gemacht. Es gilt

$$R = \frac{\sum_{hkl} \Delta_1}{\sum_{hkl} |F_o|} = \frac{\sum_{hkl} ||F_o| - |F_c||}{\sum_{hkl} |F_o|}$$

Der gewichtete R-Wert berücksichtigt zusätzlich die minimalisierten Fehlerquadratsummen und wird bei einer Verfeinerung gegen F_o mit wR , bzw. gegen F_o^2 mit wR_2 angegeben. Die Werte für wR_2 liegen durch die Quadrierung des Fehlers immer höher als die vergleichbaren wR -Werte.

$$wR = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w\Delta_1^2}{\sum_{hkl} wF_o^2}}$$

$$wR_2 = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w\Delta_2^2}{\sum_{hkl} w(F_o^2)^2}} = \sqrt{\frac{\sum_{hkl} w(F_o^2 - F_c^2)^2}{\sum_{hkl} w(F_o^2)^2}}$$

In den Gütefaktor (*Goodness-of-fit*) geht der Grad der Übereinstimmung der Strukturparameter ein. Er sollte bei richtiger Gewichtung einen Wert nahe 1 aufweisen.

$$S = \frac{\sum_{hkl} w\Delta^2}{m - n} \quad \text{mit } m = \text{Zahl der Reflexe und } n = \text{Zahl der Parameter}$$

Die Qualität des R-Wertes ist nicht allein von der des Datensatzes und damit von der Güte des Einkristalls abhängig. Auch bei guten Messungen können durch die Lokalisierung von vielen Elektronen in Bindungen, freien Elektronenpaaren oder Wasserstoffatomen schlechte Werte zustande kommen. Um Schwingungen innerhalb des Kristalls zu minimieren, kann man eine Tieftemperaturmessung durchführen, die möglicherweise bessere Ergebnisse liefert.

2. Edukte und Produkte der Kristallzüchtungsversuche

2.0. *Übersicht der verwendeten Liganden und Schwermetallsalze*

Im Verlauf der Arbeit wurden Kristalle aus Salzen der Elemente der II. Nebengruppe und Kronenethern bzw. Kryptanden gezüchtet.

Bei den Schwermetallsalzen des Zinks, Cadmiums und Quecksilbers wurden neben den Halogeniden (Chloriden, Bromiden und Iodiden) auch Pseudohalogenide (Cyanide, Thiocyanate) verwendet, die Komplexe mit ähnlichen Strukturen bilden sollten.

Außerdem wurden Komplexe dieser Salze mit analogen Alkalimetallsalzen in der Form $(M_I^+)_2(M_{II}X_4^{2-})$ (M_I : Alkalimetall, M_{II} : Schwermetall, X: (Pseudo)halogenid) verwendet.

An allen verwendeten Schwermetallsalzen wurden bereits vor Jahrzehnten Röntgenstrukturanalysen vorgenommen, in der Anfangsphase allerdings ohne die leichteren Atome lokalisieren zu können. Später wurden diese Ergebnisse durch eine Vielzahl von Messungen verfeinert. Die in dieser Arbeit für die Diskussionen von Bindungslängen und -winkeln verwendeten Daten für diese einfachen Verbindungen wurden deshalb der allgemeinen Literatur entnommen, ohne gesondert Quellen anzugeben.

Stellvertretend seien hier nur Untersuchungen an HgI_2 (1967 [19]), CdI_2 (1971 [20]), $Hg(CN)_2$ (1958 [21] und 1969 [22]) und $Hg(SCN)_2$ (1971 [23]) erwähnt.

Es zeigte sich, dass mit den verwendeten Kristallzüchtungsmethoden keine Einkristalle neuer Zink-Komplexe dargestellt werden konnten, während die Komplexe des Quecksilbers und Cadmiums sich oft isostrukturell bildeten.

Verwendeten Liganden waren die Kronenether 12-Krone-4, 15-Krone-5, Benzo-15-Krone-5, 18-Krone-6, Benzo-18-Krone-6, Dibenzo-18-Krone-6 und Dibenzo-24-Krone-8 und die Kryptanden Kryptand 5 (1,13-Bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan), Kryptand 21 (1,4,10-Trioxa-7,13-diazacyclopentadecan bzw. 1,7-Diaza-15-Krone-5) und Kryptand 22 (1,4,10,13-Tetraoxa-7,16-diazacyloctadecan bzw. 1,10-Diaza-18-Krone-6).

Wie zu erwarten wirkte sich der „Hohlraum“ der Kronenether bzw. Kryptanden auf die gebildeten Strukturen aus.

Die Metallionen wurden je nach Größe entweder als Gastionen darin eingelagert, bildeten Sandwichkomplexe aus, in denen ein größeres Metallion zwei Kryptanden, zwischen denen es sich einlagert, koordinierte, oder koordinierten nicht zum Kryptanden .

Die zweiwertigen Kationen der II. Nebengruppe haben Ionenradien von 74 pm für Zn^{2+} , 97 pm für Cd^{2+} und 110 pm für Hg^{2+} . Vergleicht man diese mit den Kationradien der Alkalimetalle (Li^+ 68 pm, Na^+ 97 pm, K^+ 133 pm, Cs^+ 167 pm), so liegt die Vermutung nahe, dass ein Ligand, der eine gute Chelatisierung für Natriumionen hat, in gleicher Weise für Cadmiumionen wirkt.

Der Zusammenhang zwischen der Hohlraumgröße des Wirtsmoleküls und des eingelagerten Ions wurde bereits umfassend untersucht. Es ist z.B. bekannt, dass der Kronenether 12-Krone-4 Li^+ , aber nicht K^+ bindet, während Dibenzo-18-Krone-6 K^+ und auch Hg^{2+} bindet, aber nicht Li^+ oder Cd^{2+} [24]. Eine Auswirkung der unterschiedlich guten Chelatisierungen ist bei den Kryptanden 1,10-diaza-18-Krone-6 und 1,7-diaza-15-Krone-5 die Fähigkeit, selektiv Cadmiumionen durch eine Flüssigmembran zu transferieren. Die Unterschiede dieser Transferraten waren bereits Gegenstand von Untersuchungen [25], darauf aufbauende Röntgenstrukturuntersuchungen zeigten aber, dass eine Vielzahl von macrozyklischen Komplexen noch nicht charakterisiert waren.

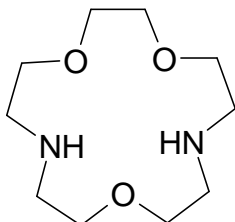
Untersuchungen über den Einfluss der Koordination von Anionen am Schwermetall in diesen Komplexen auf die Trennung von Metallen wurden am Isothiocyanation für Trennung von Cadmium(II) und Quecksilber(II) vorgenommen [26].

Die Auswirkungen von Größe, Form und Ladungsverteilung von Alkalicryptaten auf die Bildung von Polyiodidionen[27], Iodocupraten[28] und Iodocadmaten [29] wurden in der Literatur untersucht.

In der vorliegenden Arbeit wurde durch eine große Zahl von Kristallzüchtungsversuchen u.a. versucht Abhängigkeiten der Bildung von (Pseudo)Halogenomercuraten und – cadmaten von den verwendeten Liganden zu erkennen.

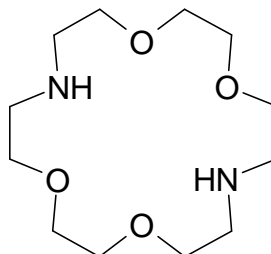
2.1. Übersicht der verwendeten Liganden

Kryptand 21
 $C_{10}H_{22}O_3N_2$



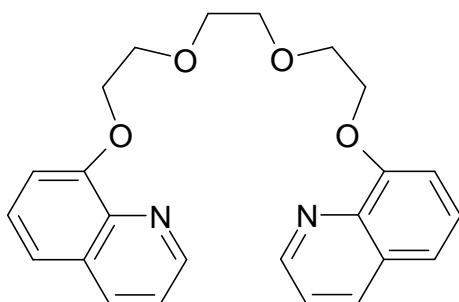
M = 218,30

Kryptand 22
 $C_{12}H_{26}O_4N_2$



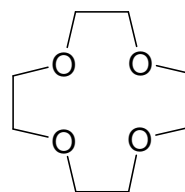
M = 362,35 g/mol

Kryptand 5
($C_{24}H_{24}O_4N_2$)



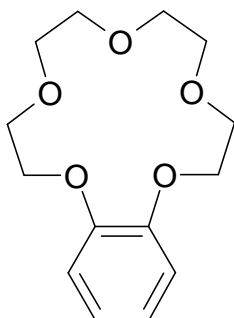
M = 448,52 g/mol

12-Krone
 $C_8H_{16}O_4$



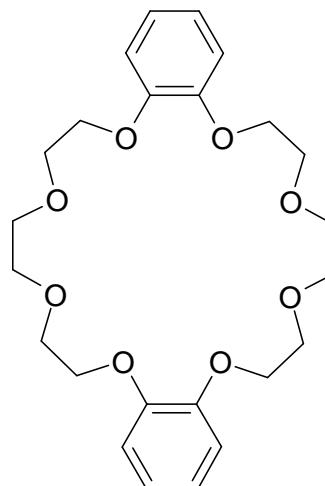
M = 176,212 g/mol

Benzo-15-krone-5
 $C_{14}H_{20}O_5$



M = 268,31 g/mol

Dibenzo-24-krone-8
 $C_{24}H_{32}O_8$



M = 448,52 g/mol

2.2. Übersicht der untersuchten Verbindungen

Es konnten Einkristalle folgender Verbindungen dargestellt und mit Hilfe der Röntgenstrukturanalyse charakterisiert werden.

Als Komplex des Kronenethers 12-Krone-4 die Verbindungen

Bis[di(12-krone-4)lithium]-octaiodotrimercurat(II) **(3.1)**

Bis[di(12-krone-4)lithium]-decaiidotetramercurat(II) **(3.2)**

(12-Krone-4)bisdicyanomercurat(II) **(3.3)**

Als Komplex des Kronenethers 15-Krone-5 :

Bis(15-Krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II) **(3.4)**

Als Komplex des Kronenethers Benzo-15-Krone-5 :

Di(benzo-15-krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II) **(3.5)**

Di(benzo-15-krone-5)kalium-hexaiododicadmat(II) **(3.6)**

Di(benzo-15-krone-5)kalium-pentaiododimercurat(II) **(3.7)**

catena-(kalium-bis(benzo-15-krone-5)-tris(mu-thiocyanato)-cadmium(II) **(3.8)**

Als Komplex des Kronenethers Dibenzo-24-Krone-8 :

Tri(dibenzo-24-krone-8)dicäsium-hexaiododimercurat(II) **(3.9)**

Di(dibenzo-24-krone-8)kalium-hexaiododicadmat(II) **(3.10)**

Als Komplex des Kryptand 22 :

Diazonia(18-Krone-6)-tetraiodomercurat(II) **(3.11)**

Diazo(18-Krone-6)cadmiumisothiocyanat **(3.12)**

Diazonia(18-Krone-6)-bi(mu-thiocyanato)-cadmium(II) **(3.13)**

Di(Kryptand22)lithium]-hexaiododimercurat(II) **(3.14)**

Als Komplex des Kryptand 21 :

Diazonia(15-Krone-5)-hexaiododimercurat(II) **(3.15)**

[Iodo(diaza-15-Krone-5)cadmium(II)]-iodid **(3.16)**

Bis[iodo(diaza-15-krone-5)cadmium-tetraiodocadmat(II) **(3.17)**

Bis[bromo(diaza-15-krone-5)quecksilber-tetrabromomercurat(II) **(3.18)**

Als Komplex des Kryptand 5

(1,13-Bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)Bis-quecksilber(II)iodid **(3.19)**

Di(1,13-Bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)Tetrakis-quecksilber(II)thiocyanat **(3.20)**

Als Komplex der Kronenether 18-Krone-6 und Benzo-18-Krone-6 :

(18-krone-6)kalium-tricyanomercurat(II) **(3.21)**

(benzo-18-krone-6) kalium-tricyanomercurat(II) **(3.22)**

2.2.1. Komplexe mit 12-Krone-4 und 15-Krone-5 (3.1–3.4)

	[Li(12-krone-4) ₂][Hg ₃ I ₈]	[Li(12-krone-4) ₂][Hg ₄ I ₁₀]	[Hg(CN) ₂] _∞ [12-Krone-4]	[Cs(15-Krone-5) ₂][Hg ₂ I ₆]
Summenformel	C ₃₂ H ₆₄ O ₁₆ Hg ₃ I ₈ Li ₂	C ₁₆ H ₃₂ Hg ₂ I ₅ Li	C ₁₂ H ₁₆ Hg ₂ N ₄ O ₄	C ₂₀ H ₄₀ Cs ₂ Hg ₂ I ₆ O ₁₀
Molmasse	2335.68	1116.03	1362.94	1868.92
Temperatur	293(2) K			
Wellenlänge	71.073 pm			
Kristallsystem	orthorhombisch	monoklin	monoklin	monoklin
Raumgruppe	Pbna	P2 ₁ /c	P2 ₁ /c	P2 ₁ /c
Zelldimensionen a,b,c (pm)	1530.43 (2) 2037.40(1) 3880.10(3)	836.25(2) A 1448.33(4) A 2714.83(8) A	941.950(10) 1251.940(10) 1550.11(2)	1216.88(3) 855.36(2) 2067.96(3)
α,β,γ (°)	90 90 90	90 93.9200(10) 90	90 102.625(1) 90	90 91.5930(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	12.0985(2)	3.28042(15)	1.78379(3)	2.15165(8)
Formeleinheiten pro Zelle	8	4	4	2
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.565	2.825	2.538	2.885
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	11.73	14.086	17.212	13.136
Kristallgröße	0,6 × 0,45 × 0,4	0,52 × 0,25 × 0,20	0,22 × 0,24 × 0,41	
Messbereich (°)	0 ≤ 2θ ≤ 50	3.00 ≤ 2θ ≤ 55.00	5.38 ≤ 2θ ≤ 54.98	3.34 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-20 ≤ h ≤ 21, -28 ≤ k ≤ 29, -55 ≤ l ≤ 51	-10 ≤ h ≤ 9 -15 ≤ k ≤ 18 -35 ≤ l ≤ 35	-11 ≤ h ≤ 12 -12 ≤ k ≤ 16 -20 ≤ l ≤ 19	-15 ≤ h ≤ 15 -9 ≤ k ≤ 11 -26 ≤ l ≤ 25
Anzahl der gemessenen Reflexe	103448	24183	6689	15833
Unabhängige Reflexe	18498 [R(int) = 0.2224]	7519 [R(int) = 0.0824]	2053 [R(int) = 0.0515]	4932 [R(int) = 0.0851]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²			
Daten / Restraints / Parameter	18498 / 0 / 551	7519 / 0 / 289	2053 / 0 / 102	4932 / 0 / 182
Goodness-of-Fit an F ²	1.026	0.985	1.023	0.935
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1189, wR2 = 0.1302	R1 = 0.0561, wR2 = 0.1141	R1 = 0.0318, wR2 = 0.0684	R1 = 0.0494, wR2 = 0.0979
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.3370, wR2 = 0.1828	R1 = 0.1279, wR2 = 0.1427	R1 = 0.0465, wR2 = 0.0732	R1 = 0.0925, wR2 = 0.1136
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1042 und -1338	1052 und -2209	1079 und -2799	1031 und -1152

2.2.2. Komplexe mit Benzo-15-Krone-5 und Dibenzo-24-Krone-8 (3.5–3.10)

	[Cs(benzo-15-K-5) ₂] [Hg ₂ I ₆]	[K(B-15-K-5) ₂] [Cd ₂ I ₆]	[K(benzo-15-K-5) ₂] [Hg ₂ I ₅]	[K(benzo-15-K-5) ₂] [Cd(SCN) ₃]	[Cs ₂ (DB-24-K-8) ₃] [Hg ₂ I ₆]	[K(DB-24-K-8) ₂] [Cd ₂ I ₆]
Summenformel	C ₂₈ H ₄₀ O ₁₀ HgI ₃ Cs	C ₂₈ H ₄₀ O ₁₀ CdI ₃ K	C ₂₈ H ₄₀ O ₁₀ Hg ₂ I ₅ K	C ₃₁ H ₄₀ O ₁₀ N ₃ S ₃ CdK	Cs ₂ C ₇₂ H ₉₆ O ₂₄ Hg ₂ I ₆	C ₄₈ H ₆₄ O ₁₆ Cd ₂ I ₆ K ₂
Molmasse	1667.73	1068.80	805.69	862.34	1386.94	1961.39
Temperatur	293(2) K					
Wellenlänge	71.073 pm					
Kristallsystem	monoklin	monoklin	triklin	orthorhombisch	triklin	triklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c	P2 ₁ /c	P $\bar{1}$	P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	P $\bar{1}$	P $\bar{1}$
Zelldimensionen a,b,c (pm)	1215.66(2) 2091.30(2) 1598.4	1243.020(10) 2118.9 1543.51(2)	1271.730(10) 1327.650(10) 1453.070(10)	1105.580(10) 1537.000(10) 2199.29(3)	1256.05(2) 1646.37(2) 2302.41(4)	1159.31(3) 1269.53(3) 1303.15(3)
α, β, γ (°)	90 110.8280(10) 90	90 109.83 90	114.6240(10) 90.7940(10) 104.1070(10)	90 90 90	89.5230(10) 75.9740(10) 83.5540(10)	77.2490(10) 73.0390(10) 66.30
Zellvolumen (nm ³)	3.79812(7)	3.82426(6)	2.14440(131)	3.73720(7)	4.58917(12)	1.66802(49)
Formeleinheiten pro Zelle	4	4	2	4	2	1
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.187	1.856	2.496	1.533	2.007	1.953
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	7.482	3.147	10.891	0.920	6.206	3.594
Kristallgröße	0,58 × 0,50 × 0,56	0,80 × 0,28 × 0,34	0,58 × 0,62 × 0,70	0,48 × 0,52 × 0,34	0,46 × 0,22 × 0,30	0,30 × 0,18 × 0,14
Messbereich (°)	3.36 ≤ 2θ ≤ 55.00	3.40 ≤ 2θ ≤ 55.00	3.10 ≤ 2θ ≤ 55.00	3.24 ≤ 2θ ≤ 55.00	1.82 ≤ 2θ ≤ 55.00	3.30 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 15 -20 ≤ k ≤ 27, -20 ≤ l ≤ 19	-16 ≤ h ≤ 16, -27 ≤ k ≤ 27 -20 ≤ l ≤ 13	-16 ≤ h ≤ 16, -16 ≤ k ≤ 17 -18 ≤ l ≤ 18	-12 ≤ h ≤ 14 -19 ≤ k ≤ 19 -23 ≤ l ≤ 28	-16 ≤ h ≤ 11, -21 ≤ k ≤ 21 -29 ≤ l ≤ 26	-15 ≤ h ≤ 14 -16 ≤ k ≤ 16 -16 ≤ l ≤ 11
Anzahl der gemessenen Reflexe	28879	28370	15619	28994	34577	12685
Unabhängige Reflexe	8729 [R(int) = 0.0471]	8756 [R(int) = 0.0710]	9473 [R(int) = 0.0706]	8576 [R(int) = 0.0538]	20493 [R(int) = 0.1214]	7489 [R(int) = 0.0584]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²					
Daten / Restraints / Parameter	8729 / 0 / 388	8756 / 0 / 388	9473 / 0 / 416	8576 / 0 / 442	20493/0/955	7489 / 0 / 344
Goodness-of-Fit an F ²	1.068	0.962	0.927	0.982	0.874	0.946
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0362 wR2 = 0.0829	R1 = 0.0451 wR2 = 0.0850	R1 = 0.0722 wR2 = 0.1792	R1 = 0.0329 wR2 = 0.0706	R1 = 0.0905 wR2 = 0.1986	R1 = 0.0635 wR2 = 0.1485
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0486 wR2 = 0.0888	R1 = 0.1006 wR2 = 0.1024	R1 = 0.1373 wR2 = 0.2125	R1 = 0.0454 wR2 = 0.0757	R1 = 0.2882 wR2 = 0.2728	R1 = 0.1685 wR2 = 0.1956
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1482 und -1084	786 und -1116	2735 und -2849	298 und -679	3552 und -1670	1429 und -1102

2.2.3. Komplexe mit Kryptand 22 (3.11–3.14)

	[(Kr22)(H ₂)] [HgI ₄]	[(Kryptand 22) Cd(NCS) ₂]	[(Kryptand 22)(2H)] [Cd(SCN) ₄]	Li(Kr 22) ₂ [Hg ₂ I ₆]
Summenformel	C ₁₃ H ₃₂ HgI ₄ N ₂ O ₅	C ₁₄ H ₂₆ CdN ₄ O ₄ S ₂	C ₁₄ H ₂₆ CdN ₄ O ₄ S ₂	C ₂₄ H ₄₈ Hg ₂ I ₆ Li ₂ N ₄ O ₁₃
Molmasse	1004.62	490.91	490.91	1777.12
Temperatur	293(2) K			
Wellenlänge	71.073 pm			
Kristallsystem	monoklin	monoklin	orthorhombisch	monoklin
Raumgruppe	Cc	P2 ₁ /c	I m a 2	P2 ₁ /c
Zelldimensionen a,b,c (pm)	1970.67(5) 848.37(3) 1583.21(5)	924.91(2) 1704.55(3) 2631.96(6)	2317.23(4) 957.91(1) 1178.36(2)	1548.0(3) 1849.0(4) 1731.0(4)
α,β,γ (°)	90 95.6780(10) 90	90 92.2950(10) 90	90 90 90	90 95.68(3) 90
Zellvolumen (nm ³)	2.63391(14)	4.14610(15)	2.615.60(7)	4.9302(17)
Formeleinheiten pro Zelle	4	8	4	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.533	1.573	1.547	2.394
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	10.553	1.279	1.19	10.027
Kristallgröße	0.46 × 0.42 × 0.28	nicht vermessen		0.44 × 0.30 × 0.42
Messbereich (°)	4.16 ≤ 2θ ≤ 55.00	2.84 ≤ 2θ ≤ 46.56	0 ≤ 2θ ≤ 55.00	2.64 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-25 ≤ h ≤ 22, -11 ≤ k ≤ 9 -20 ≤ l ≤ 11	-10 ≤ h ≤ 10 -18 ≤ k ≤ 18 -19 ≤ l ≤ 29	-30 < h < 29 -12 < k < 8 -15 < l < 15	-19 < h < 20 -24 < k < 14 -22 < l < 22
Anzahl der gemessenen Reflexe	8117	21096	9710	35065
Unabhängige Reflexe	4242 [R(int) = 0.0506]	5953 [R(int) = 0.0644]	3067 [R(int) = 0.0824]	11120 [R(int) = 0.1146]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²			
Daten / Restraints / Parameter	4242 / 2 / 219	5953 / 0 / 607	3067/1/152	11120 / 0 / 424
Goodness-of-Fit an F ²	0.963	1.192	1,077	0.989
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0364 wR2 = 0.0792	R1 = 0.0350 wR2 = 0.0735	R1 = 0.0393 wR2 = 0.1363	R1 = 0.0836 wR2 = 0.1865
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0479 wR2 = 0.0833	R1 = 0.0506 wR2 = 0.0809	R1 = 0.0491 wR2 =	R1 = 0.2357 wR2 = 0.2543
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1104 und -636	587 und -633	1760 und -470	2353 und -2139

2.2.4. Komplexe mit Kryptand 21 (3.15–3.18)

	[(Kryptand 21)(H ₂)] [Hg ₂ I ₆]	[(Kr21)[CdI ₂]	[Cd(Kr21)I] ₂ [CdI ₄]	[Hg(Kr21)(Br)] ₂ [HgBr ₄]
Summenformel	C ₅ H ₁₀ Cs Hg I ₃ NO _{1.50}	C ₁₀ H ₂₀ Cd I ₂ N ₂ O ₃	C ₁₀ H ₂₂ Cd _{1.50} I ₃ N ₂ O ₃	C ₂₀ H ₄₄ Br ₆ Hg ₃ N ₄ O ₆
Molmasse	822.34	582.48	767.60	1517.82
Temperatur	293(2) K			
Wellenlänge	71.073 pm			
Kristallsystem	triklin	monoklin	orthorhombisch	monoklin
Raumgruppe	P $\bar{1}$	P2 ₁ /a	Pmnb	P2 ₁ /c
Zelldimensionen a,b,c (pm)	825.52(2) 1128.01(2) 1632.59(4)	789.550(10) 2935.27(3) 793.690(10)	1328.69(2) 1558.040(10) 1948.96(2)	819.7(5) 2103.7(5) 2133.8(5)
α, β, γ (°)	71.6830(10) 76.9670(10) 73.7300(10)	90 113.1130(10) 90	90 90 90	90 96.440(5) 90
Zellvolumen (nm ³)	1.36958(5)	1.69176(3)	4.03464(8)	3.656(3)
Formeleinheiten pro Zelle	4	4	8	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	3.988	2.287	2.527	2.757
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	20.591	4.943	6.19	19.159
Kristallgröße	0.56 × 0.32 × 0.28	0.45 × 0.60 × 0.40	0,52 × 0,32 × 0,25	nicht vermessen
Messbereich (°)	2.66 ≤ 2θ ≤ 61.04	2.78 ≤ 2θ ≤ 55.00	3.34 ≤ 2θ ≤ 55.00	2.72 ≤ 2θ ≤ 50.18
Indexbereich	-11 ≤ h ≤ 10, -16 ≤ k ≤ 16 -23 ≤ l ≤ 20	-10 ≤ h ≤ 10 -33 ≤ k ≤ 38 -10 ≤ l ≤ 10	-17 ≤ h ≤ 17 -14 ≤ k ≤ 20 -24 ≤ l ≤ 25	-9 ≤ h ≤ 9 0 ≤ k ≤ 24 0 ≤ l ≤ 25
Anzahl der gemessenen Reflexe	12685	12960	29479	4387
Unabhängige Reflexe	8127 [R(int) = 0.0562]	3901 [R(int) = 0.0360]	4839 [R(int) = 0.0482]	3967 [R(int) = 0.1295]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²			
Daten / Restraints / Parameter	8127 / 0 / 208	3901 / 0 / 182	4839 / 0 / 191	3967 / 0 / 352
Goodness-of-Fit an F ²	0.974	1.415	1.072	1.154
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0938 wR2 = 0.2488	R1 = 0.0536 wR2 = 0.1777	R1 = 0.0509 wR2 = 0.1093	R1 = 0.0755 wR2 = 0.2145
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1734 wR2 = 0.3065	R1 = 0.0586 wR2 = 0.1809	R1 = 0.0740 wR2 = 0.1229	R1 = 0.0757 wR2 = 0.2145
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2245 und -7711	914 und -2443	1562 und -1878	2179 und -2571

2.2.5. Komplexe mit Kryptand 5 (3.19–3.20)

	(Kryptand5) (HgI ₂) ₂	(Kryptand5) ₂ Hg(SCN ₂) ₄
Summenformel	C ₂₆ H ₂₈ Hg ₂ I ₄ N ₂ O ₅	C ₆₀ H ₅₆ Hg ₄ N ₁₂ O ₁₀ S ₈
Molmasse	1357,32	2164,01
Temperatur	293(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	monoklin	monoklin
Raumgruppe	C2/c	P2 ₁ /n
Zelldimensionen a,b,c (pm)	1828.23(3) 1361.16(3) 1576.19(2)	1511,37(2) 3174,45(3) 1641,79(2)
α,β,γ (°)	90 124.8020(10) 90	90 113.900(1) 90
Zellvolumen (nm ³)	3.22077(10)	7.20151
Formeleinheiten pro Zelle	4	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.799	1,996
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	13.393	8,80
Kristallgröße	0,38 × 0,36 × 0,25	0,48 × 0,34 × 0,1
Messbereich (°)	4.04 ≤ 2θ ≤ 55.00	0 ≤ 2θ ≤ 55°
Indexbereich	-23 ≤ h ≤ 23 -17 ≤ k ≤ 16 -20 ≤ l ≤ 17	-13 ≤ h ≤ 19 -40 ≤ k ≤ 41 -21 ≤ l ≤ 18
Anzahl der gemessenen Reflexe	11799	52147
Unabhängige Reflexe	3696 [R(int) = 0.0548]	16390 [R(int) = 0.1972]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²	
Daten / Restraints / Parameter	3696 / 0 / 177	16390 / 0 / 847
Goodness-of-Fit an F ²	1.050	
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0407 wR2 = 0.0942	R1 = 0.0609 wR2 = 0.1480
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0602 wR2 = 0.1032	R1 = 0.0740 wR2 = 0.1599
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1196 und -2473	920 und -830

2.2.6. Komplexe mit 18-Krone-6 und Benzo-18-Krone-6 (3.21–3.22)

	K(18K6)[Hg(CN) ₃]	K(B18K6)[Hg(CN) ₃]
Summenformel	C ₁₅ H ₂₄ Hg ₁ K ₁ N ₃ O ₆	C ₁₉ H ₂₄ Hg ₁ K ₁ N ₃ O ₆
Molmasse	776.08	630.10
Temperatur	293(2) K	
Wellenlänge	71.073 pm	
Kristallsystem	orthorhombisch	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁	P2 ₁ /n
Zelldimensionen a,b,c (pm)	1456.11(5) 1780.58(5) 851.68(2)	1490.20(4) 837.76(2) 1986.46(5)
α, β, γ (°)	90 90 90	90 99.3090(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	2.20817(11)	2.44730(11)
Formeleinheiten pro Zelle	4	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.751	1.710
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	7.190	6.495
Kristallgröße	0,26 × 0,40 × 0,16	0,54 × 0,16 × 0,04
Messbereich (°)	3.62 ≤ 2θ ≤ 46.56	3.18 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 16 -19 ≤ k ≤ 19 -9 ≤ l ≤ 8	-19 ≤ h ≤ 19 -10 ≤ k ≤ 9 -25 ≤ l ≤ 24
Anzahl der gemessenen Reflexe	11926	17665
Unabhängige Reflexe	3186 [R(int) = 0.1320]	5614 [R(int) = 0.1087]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²	
Daten / Restraints / Parameter	3186 / 0 / 235	5614 / 0 / 271
Goodness-of-Fit an F ²	1.074	1.025
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0609 wR2 = 0.1480	R1 = 0.0896 wR2 = 0.2227
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0740 wR2 = 0.1599	R1 = 0.1984 wR2 = 0.2830
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2228 und -1882	3478 und -1584

3. Kristallstrukturen der untersuchten Verbindungen

3.0. *Einleitung*

3.0.1. Synthese

Die Einkristalle wurden nach den oben beschriebenen Diffusions- und Verdunstungsmethoden aus Lösungen der Metallsalze und der Liganden dargestellt.

Im Verlauf der Arbeit wurde mit verschiedenen Lösemitteln wie zB. Wasser, Methanol, Ethanol, Dichlormethan, Tetrahydrofuran und Aceton und Gemischen von Lösungsmitteln gearbeitet. Es stellte sich allerdings heraus, dass die geeignetsten Einkristalle durch Kristallisation von Ansätzen aus methanolischer Lösung mit Hilfe der Verdunstungsmethode zu erhalten waren.

3.0.2. Charakterisierung

Die Zusammensetzung der Kristalle ergab sich aus der Röntgenstrukturanalyse der Verbindung, da in den seltensten Fällen genug Material für eine CHN- oder IR-Analyse gewonnen werden konnte, das auch mit ausreichender Sicherheit mit dem Material der Einkristalle übereinstimmte.

Die Einkristalle der Komplexe wurden auf dem Diffraktometer Siemens SMART CCD unter Verwendung von Mo-K α Strahlung (Graphitmonochromator) im Normalfall bei Raumtemperatur untersucht. Die vorläufige Bestimmung der Gitterkonstanten erfolgte aus 45 „Frames“ (Schrittweite 0,3° in ω), die endgültigen Konstanten wurden durch eine Verfeinerung der Reflexe, die aus der Integration der Frame-Daten erhalten wurden, ermittelt. Die Messung erfolgte mit einer Schrittweite von 0,3° in ω , einer Zählzeit von 5s pro Frame und einem Kristall-Detektor-Abstand von 3 cm unter Verwendung des Messprogramms SMART. Die Auswertung erfolgte unter Verwendung des Programms SAINT. Die Strukturlösung erfolgte mit direkten Methoden (SHELXS-97), die Verfeinerung mit SHELXL-97.

Alle Nichtwasserstoffatome wurden mit anisotropen Temperaturfaktoren verfeinert und die Wasserstoffatome unter Annahme idealer Positionen der sp^3 bzw. sp^2 Hybridisierung mit festen Temperaturfaktoren ($U_{iso}=0,08 \cdot 10^4 \text{ pm}^2$) berechnet.

Im Anschluss wurde bei den meisten Verbindungen unter Berücksichtigung des linearen Absorptionskoeffizienten eine empirische Absorptionskorrektur (SADABS) durchgeführt.

Eine unterstützende graphische Darstellung erfolgte während der Strukturlösung mit den Programmen PLUTON-92 [30], PLATON [31] und SCHAKAL [32] und zur Darstellung in dieser Arbeit mit dem Programm DIAMOND [33].

Nach erfolgreicher Strukturlösung wurden die Programme CIFTAB [34] und TABELLE [35] als Hilfsmittel zur Erstellung der in der Diskussion der Strukturen und im Anhang befindlichen Tabellen benutzt.

3.1. Der Komplex Bis[di(12-krone-4)lithium]-octaiodotrimercurat(II)

3.1.1. Synthese und Charakterisierung

[Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₃I₈] wurde durch die Diffusion einer Lösung der Metalliodide und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 10 ml einer methanolischen Lösung von HgI₂ ($c = 0,005 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und LiI ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 20 ml der methanolischen 12-Krone-4 Lösung ($c = 0,005 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach einer Woche bildeten sich gelbliche Kristalle.

Bei der Charakterisierung der Verbindung konnten die Kronenetherliganden auf Grund einer Fehlordnung nur isotrop berechnet werden konnten.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.1-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.1-1 bis 3.1-4 zusammengefasst.

3.1.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $Pbna$ mit acht Formeleinheiten pro Elementarzelle und besteht aus $[\text{Li}(\text{12-krone-4})]^+$ -Kationen und dem Octaiodomercurat(II)-Ion, das bereits einmal in der Verbindung $[\text{Hg}(\text{cryptand 222})][\text{Hg}_3\text{I}_8]$ [36], allerdings in einer anderen Konformation charakterisiert wurde.

Die Anionen $[\text{Hg}_3\text{I}_8]^{2-}$ besetzen ebenso wie eines der Kationen (Li2 in $[\text{Li}(\text{12-krone-4})]^+$) allgemeine Lagen, die anderen Kationen (Li1, Li3) dagegen die spezielle Lagen ($x - \frac{1}{4} 0$) und ($x + \frac{1}{4} 0$) auf einer zweizähligen Drehachse.

Die Kronenetherliganden der Kationen sind, wie auch bei anderen Verbindungen von 12-Krone-4 zu beobachten, besonders auf den speziellen Lagen fehlgeordnet und konnten deshalb nur isotrop verfeinert werden. Diese Fehlordnung konnte auch nicht durch eine Veränderung der Messbedingungen behoben werden, Tieftemperaturmessungen ergaben hier keine wesentlichen Verbesserungen. Die Schweratome des Anions zeigten dagegen keine Fehlordnung und wurden anisotrop verfeinert.

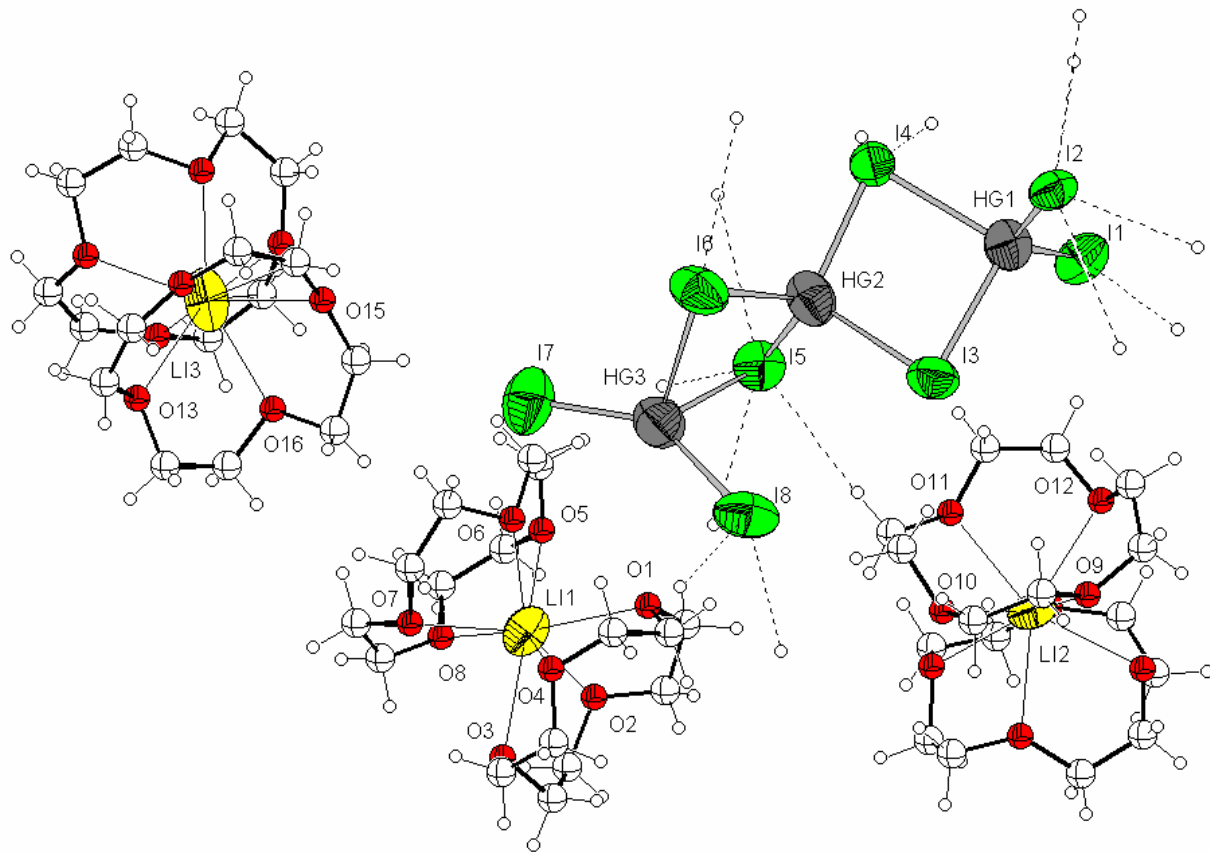


Abbildung 3.1-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Li}(\text{12-krone-4})_2][\text{Hg}_3\text{I}_8]$

(Liganden ohne thermische Elipsoide)

Das Octaiodomercurat(II)-Ion ist linear aus drei kantenverknüpften $[\text{HgI}_4]$ -Tetraedern zusammengesetzt, die über die Iodatome I5,I8 und I6,I9 durch μ_2 -Brücken verknüpft sind.

Es unterscheidet sich damit von dem in $\text{Hg}(\text{cryptand } 222)[\text{Hg}_3\text{I}_8]$ gefundenen Anion, das eine gewinkelte Struktur aufweist, in der nur zwei $[\text{HgI}_4]$ -Tetraeder über zwei μ_2 -Brücken ausbildende Iodatome kantenverknüpft sind, der dritte $[\text{HgI}_4]$ -Tetraeder aber über ein Iodatom mit einer μ_2 -Brücke und einem weiteren über eine μ_3 -Brücke verbrückt ist.

Wie von den anderen untersuchten Iodomercurationen zu erwarten, sind die verbrückenden Hg-I Bindungen mit 275,4 bis 301,8 pm länger als die terminalen Hg-I Bindungen, die bei 262,0 bis 267,7 pm liegen. Diese Bindungslängen lassen sich mit denen im $[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ -Anion vergleichen, für das z.B. in der Verbindung $[\text{Hg}(\text{Kryptand}21)\text{I}][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ terminale Hg-I-Abstände von durchschnittlich 273 pm und verbrückende Hg-I-Abstände von 289 pm gefunden wurden [37].

Das $[\text{Hg}_3\text{I}_8]$ -Anion der Verbindung $\text{Hg}(\text{cryptand } 222)[\text{Hg}_3\text{I}_8]$ zeigt nahezu gleich große terminale Hg-I-Abstände mit 260 bis 266 pm, weist aber bedingt durch die unterschiedliche Bindungssituation eine starke Schwankung in den verbrückenden Hg-I-Abständen auf, die zwischen 273,6 und 319,8 pm liegen.

Das Kation zeigt die bekannte Sandwichstruktur [vgl. **3.2**, sowie **3.5-3.8**], bei der das Zentralatom Lithium zwischen zwei 12-Krone-4 Liganden liegt. Lithium wird von den vier Sauerstoffatomen beider Ringe insgesamt achtfach koordiniert. Die Li-O Abstände bewegen sich in der Größenordnung von 223 bis 246 pm, eine Schwankung, die überwiegend durch die Fehlordnung bedingt ist.

Vergleichbare Verbindungen dieses komplexen Kations zeigen Mittelwerte für den Li-O-Abstand von 244 pm für $[\text{Li}(12\text{-krone-4})_2][\text{ReCl}_5(\text{CH}_3\text{CN})]$ [38] bzw. 237 pm für $[\text{Li}(12\text{-krone-4})_2][\text{PPh}_2]$ [39], sowie 238 pm für die in **3.2** untersuchte Struktur.

Es finden sich zusätzlich verknüpfende Wasserstoffbrücken $[-\text{CH} \cdots \text{I}]$ zwischen dem Anion und den Kationen, mit Abständen ab 320 pm.

Tabelle 3.1-0 : Kristallstrukturdaten für [Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₃I₈]

Summenformel	C ₃₂ H ₆₄ O ₁₆ Hg ₃ I ₈ Li ₂
Molmasse	2335.68
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	Pbna
Zelldimensionen	1530.43 (2)
a,b,c (pm)	2037.40(1)
	3880.10(3)
	90
α,β,γ (°)	90
	90
Zellvolumen (nm ³)	12.0985(2)
Formeleinheiten pro Zelle	8
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.565
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	11.73
Kristallgröße	0.6 × 0.45 × 0.4
Messbereich (°)	0 ≤ 2θ ≤ 50
Indexbereich	-20 ≤ h ≤ 21, -28 ≤ k ≤ 29, -55 ≤ l ≤ 51
Anzahl der gemessenen Reflexe	103448
Unabhängige Reflexe	18498 [R(int) = 0.2224]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	18498 / 0 / 551
Goodness-of-Fit an F ²	1.026
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.1189, wR2 = 0.1302
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.3370, wR2 = 0.1828
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1042 und -1338

3.2. Der Komplex Bis[di(12-krone-4)lithium]-decaiiodotetramercurat(II)

3.2.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{Li}(\text{12-krone-4})_2]_2[\text{Hg}_4\text{I}_{10}]$ wurde durch die Diffusion einer Lösung der Metalliodide und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 10 ml einer methanolischen Lösung von HgI_2 ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und LiI ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 20 ml der methanolischen 12-Krone-4 Lösung ($c = 0,005 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach einer Woche bildeten sich gelbliche Kristalle, die aus Methanol umkristallisiert wurden. Nach mehreren Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.2-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.2-1 bis 3.2-4 zusammengefasst.

3.2.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus dem bereits in verschiedenen Verbindungen [siehe **3.1**] erwähnten $\text{Li}[12\text{K}4]_2^+$ Sandwichkation und einem $\text{Hg}_4\text{I}_{10}^{2-}$ Anion, das sich aus vier linear kantenverknüpften $[\text{HgI}_4]$ -Tetraedern zusammensetzt. Die Kantenverknüpfung erfolgt über die Iodatome I3,I4 und I5, sowie die durch das Inversionszentrum des Anions erzeugten Iodatome I5#1 und I3#1,I4#1 über μ_2 -Brücken.

Wie erwartet sind auch hier die verbrückende Hg-I Bindungsabstände mit 270 - 319 pm größer als die terminalen, die bei 263 - 264 pm liegen.

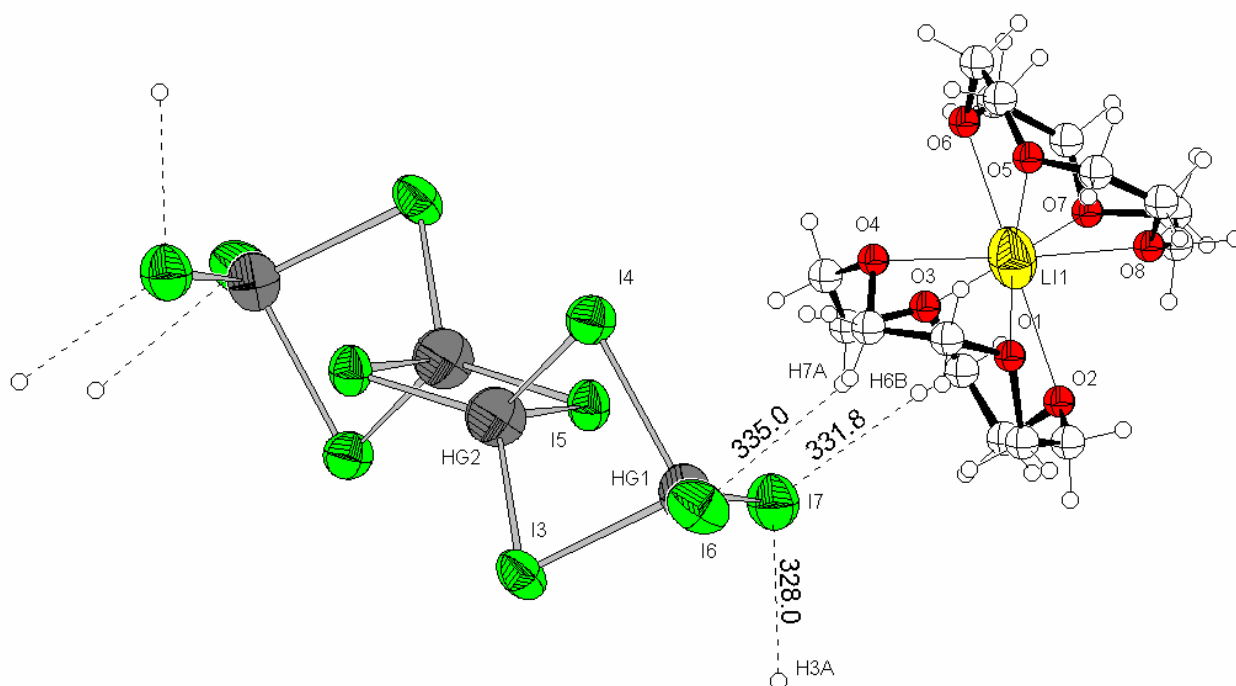


Abbildung 3.2-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Li}(12\text{-krone-4})_2][\text{Hg}_4\text{I}_{10}]$

(Ligand ohne thermische Elipsoide)

Am Hg2 weisen die verbrückenden Bindungen eine Verzerrung auf. Die Hg-I-Brücken zu Hg1 haben Längen, die mit 274 -277 pm nur geringe Unterschiede zeigen und mit den Bindungslängen Hg2-I im $\text{Hg}_3\text{I}_8^{2-}$ Anion [siehe **3.1**] bzw. denen im $[\text{HgI}_4]^{2-}$ Anion vergleichbar sind. Die Bindungen Hg2-I5 bzw Hg2-I5#1 dagegen sind stark unsymmetrisch und schwanken zwischen 269,72 und 309,90 pm.

Vergleicht man die verbrückenden Hg-I-Abstände in den verschiedenen untersuchten Iodomercuraten, so zeigt sich mit zunehmender Größe des Anions vom Hexaiododimercurat [3.4, 3.8, 3.11] zum Octoiidotrimercurat [3.1] und Decaiidotetramercurat in dieser Verbindung eine steigende Tendenz zur einer Deformation dieser Bindungen.

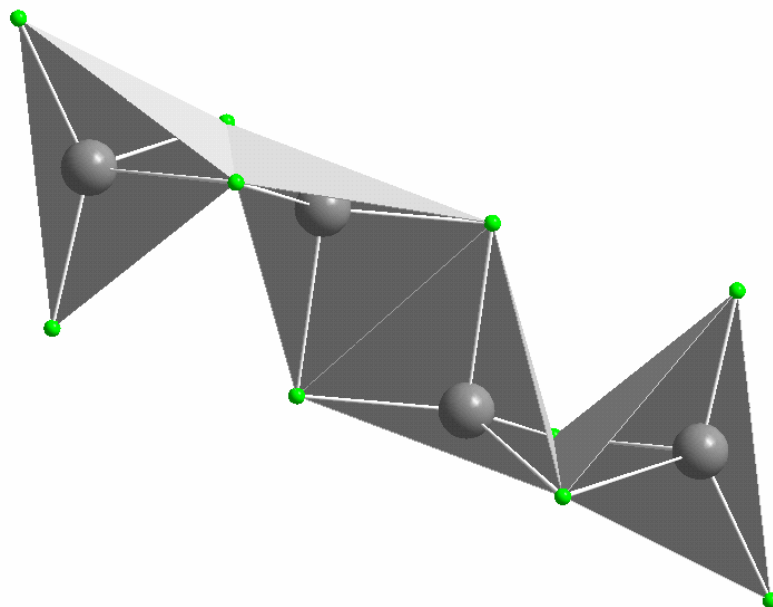


Abbildung 3.2-2 Verknüpfung der Koordinationspolyeder in 3.2

Im komplexen Kation wird das Zentralatom Lithium achtfach von je vier Sauerstoffatomen der Kronenether koordiniert. Es finden sich Li-O-Bindungsabstände von 221 - 263 pm (durchschnittlich 238 pm). Diese starke Schwankung geht auf die Tendenz des 12-Krone-4 Liganden zurück, in solchen Verbindungen oftmals fehlgeordnet vorzuliegen. Übliche Größenordnungen für solche Li-O Bindungen sind 237 - 244 pm. Innerhalb des Kronenethers entsprechen die C-C und C-O Bindungen den Erwartungen.

Tabelle 3.2-0 : Kristallstrukturdaten für [Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₄I₁₀]

Summenformel	C ₁₆ H ₃₂ O ₈ Hg ₂ I ₅ Li
Molmasse	1116.03
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	836.25(2)
a,b,c (pm)	1448.33(4)
	2714.83(8)
	90
α,β,γ (°)	93.9200(10)
	90
Zellvolumen (nm ³)	3.28042(15)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.825
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	14.086
Kristallgröße	0,52 × 0,25 × 0,20
Messbereich (°)	3.00 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-10 ≤ h ≤ 9
	-15 ≤ k ≤ 18
	-35 ≤ l ≤ 35
Anzahl der gemessenen Reflexe	24183
Unabhängige Reflexe	7519 [R(int) = 0.0824]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	7519 / 0 / 289
Goodness-of-Fit an F ²	0.985
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0561, wR2 = 0.1141
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1279, wR2 = 0.1427
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1052 und -2209

3.3. *Der Komplex (12-krone-4)bisdicyanomercurat(II)*

3.3.1. Synthese und Charakterisierung

[Hg(CN)₂] ∞ [12-Krone-4] wurde durch die Diffusion einer Lösung der Metallcyanide und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 2 ml einer methanolischen Lösung von Hg(CN)₂ (c = 0,01 mol · l⁻¹) und KCN (c = 0,001 mol · l⁻¹) vermischt und mit 4 ml der methanolischen 12-Krone-4 Lösung (c = 0,01 mol · l⁻¹) überschichtet. Nach einigen Wochen bildeten sich farblose, durchsichtige, glänzende Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.3-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.3-1 bis 3.3-4 zusammengefasst.

3.3.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $C2/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus einem dreidimensionalen Netzwerk verknüpfter Quecksilbercyanideinheiten in der die Schweratome jeweils von vier Cyanideinheiten koordiniert sind und isolierten 12-Krone-4 Liganden.

Es findet sich eine unterschiedliche Koordination der Quecksilberatome Hg(1) und Hg(2). Während Hg(1) eine nahezu lineare Verknüpfung $C(1)-Hg(1)-C(1)''$ mit $174,4^\circ$ aufweist, zu der die beiden weiteren Cyanideinheiten im rechten Winkel ($87,33-92,51^\circ$) stehen, ist Hg(2) quadratisch planar von vier Cyanidgruppen umgeben, die Bindungswinkel von $89,72^\circ$ bis $90,28^\circ$ aufweisen.

Die Quecksilber-Cyanid-Bindungsabstände liegen mit $204,1 \pm 0,1$ pm für die Hg-C-Bindungen nur geringfügig über denen im reinen $Hg(CN)_2$ von $201,5(3)$ pm, für die C-N-Dreifachbindung finden sich Abstände von $109,2-113,6$ pm, die mit den Literaturwerten von $113,7(3)$ pm ebenfalls gut übereinstimmen. Für nichtbindende Hg-N- Abstände liegen die Literaturwerte bei $274,2(3)$ pm, und somit ebenfalls niedriger als in dieser Verbindung mit durchschnittlich 280 ± 3 pm.

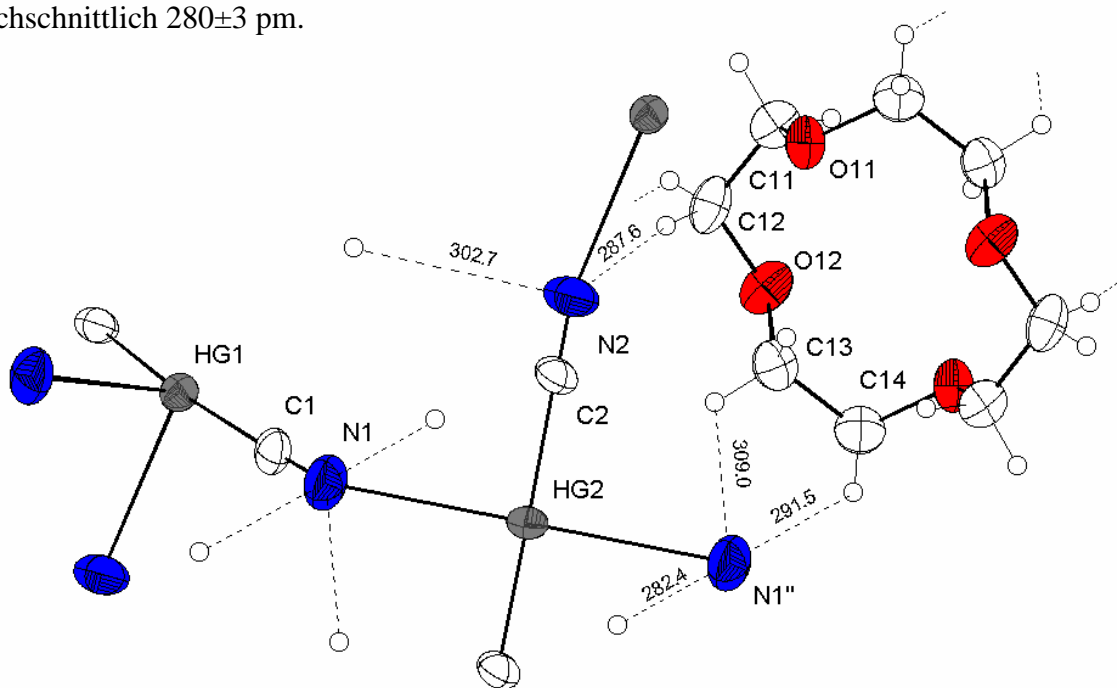


Abbildung 3.3-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[Hg(CN)_2]_\infty$ [12-Krone-4]

Bis auf die Schweratome Hg(1) und Hg(2), die auf den speziellen Lagen ($\frac{1}{2}$ 0.84 $\frac{3}{4}$) (4e) bzw. ($\frac{1}{4}$ $-\frac{1}{4}$ $\frac{1}{2}$) (4c) liegen, besetzen alle anderen Atome allgemeine Lagen.

Das Quecksilbercyanid-Netzwerk weist keine Koordination zu den Nicht-Wasserstoffatomen des Liganden auf, der in Bindungslängen und -winkeln dem freien Kronenether gleicht. Die C-O-Bindungsabstände liegen bei $142,1 \pm 3,4$ pm, die C-C-Abstände bei $149,7 \pm 0,7$ pm.

Zwischen den Stickstoffatomen der Cyanidgruppen und den Wasserstoffatomen des Liganden finden sich eine Vielzahl von Wasserstoffbrücken, die ab einem Abstand von 282 pm beginnen.

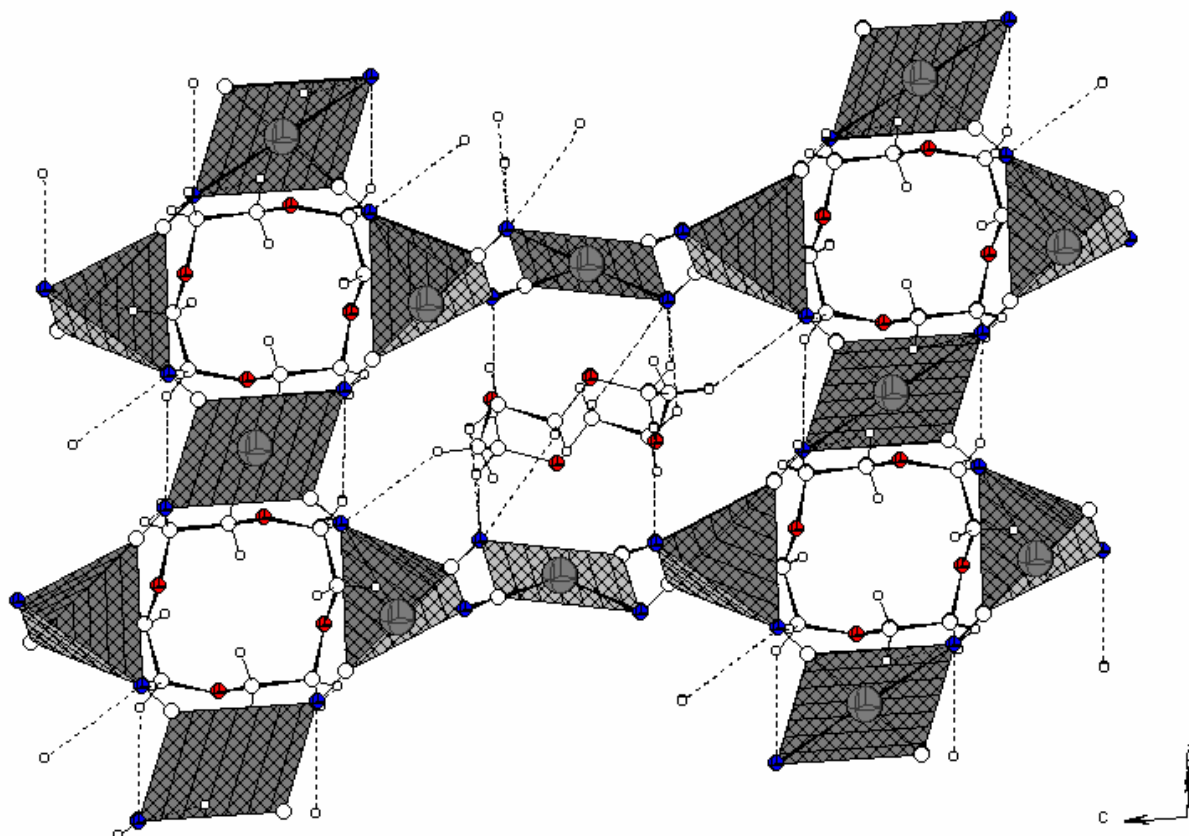


Abbildung 3.3-2 Koordinationspolyeder in 3.3 in Richtung der b-Achse

In der Darstellung der Koordinationspolyeder (Abb. 3.3-2) ist zu erkennen, dass sich planar quadratische Polyeder mit Quecksilber als Zentrum und verzerrt tetraedische Polyeder mit Quecksilber in der Mitte einer Kante abwechseln, so dass zwei Arten von Kanälen entstehen, in denen die Kronenether durch Wasserstoffbrücken fixiert sind. In der Zelle wechseln sich Schichten von kleinen, durch vier Koordinationspolyeder gebildeten Kanälen mit großen von acht Polyedern gebildeten ab.

Tabelle 3.3-0 : Kristallstrukturdaten für $[\text{Hg}(\text{CN})_2]_{\infty}$ [12-Krone-4]

Summenformel	$\text{C}_{12} \text{H}_{16} \text{Hg}_2 \text{N}_4 \text{O}_4$
Molmasse	1362.94
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	C2/c
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	941.950(10) 1251.940(10) 1550.11(2)
α, β, γ (°)	90 102.625(1) 90
Zellvolumen (nm ³)	1.78379(3)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.538
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	17.212
Kristallgröße	0,22 × 0,24 × 0,41
Messbereich (°)	$5.38 \leq 2\theta \leq 54.98$
Indexbereich	$-11 \leq h \leq 12$ $-12 \leq k \leq 16$ $-20 \leq l \leq 19$
Anzahl der gemessenen Reflexe	6689
Unabhängige Reflexe	2053 [R(int) = 0.0515]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	2053 / 0 / 102
Goodness-of-Fit an F ²	1.023
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0318, wR2 = 0.0684
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0465, wR2 = 0.0732
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1079 und -2799

3.4. Der Komplex *Di(15-krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II)*

3.4.1. Synthese und Charakterisierung

Die Verbindung $[\text{Cs}(15\text{-Krone-5})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ wurde durch die Mischung von Lösungen des Schwermetalliodids HgI_2 ($c_1=0,05 \text{ mol l}^{-1}$), des Alkaliiodids CsI ($c_1=0,05 \text{ mol l}^{-1}$), und des Liganden 15-Krone-5 ($c_1=0,05 \text{ mol l}^{-1}$) in Methanol erhalten. Beim langsamen Verdunsten des Lösemittels bildeten sich nach zwei Wochen Kristalle.

Nach dem Umkristallisieren aus Methanol bildeten sich nach einigen Wochen glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.4-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.4-1 bis 3.4-4 zusammengefasst.

3.4.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 2 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus dem bekannten Hexaiodomercuration und dem von einem Cäsiumatom koordinierten Liganden 15-Krone-5.

Die Bindungsabstände und Winkel innerhalb des Hexaiodomercurations gleichen denen zuvor untersuchter Strukturen. Die Bindungslängen für die verbrückenden Hg-I-Bindungen sind mit 283,7 pm erwartungsgemäß länger als die terminalen Hg-I-Bindungen mit $270,2 \pm 0,3$ pm. Der Tetraederwinkel um das Quecksilber ist stark verzerrt, so dass der verbrückende Winkel $I(3)\text{-Hg}(1)\text{-I}(3)\#1$ auf $90,7^\circ$ gestaucht wird und sich eine nahezu quadratische Struktur ausbildet. Die Winkel zu den terminalen Iodatomen sind aufgeweitet, der größte Winkel ist $I(5)\text{-Hg}(1)\text{-I}(4)$ mit $120,91(3)^\circ$.

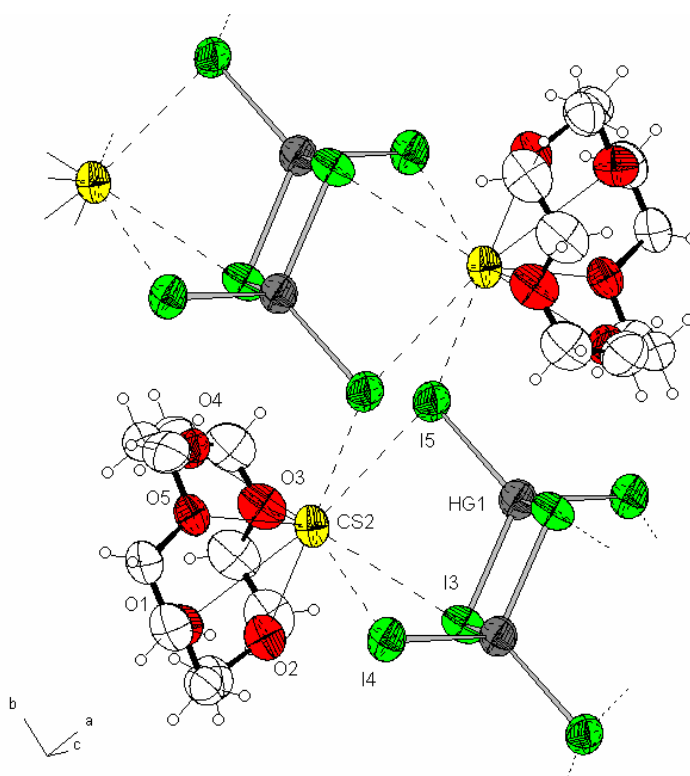


Abbildung 3.4-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Cs}(\text{15-Krone-5})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Die fünf Ethersauerstoffe des Liganden koordinieren zum Zentralatom Cäsium, das auf Grund seiner Größe nicht innerhalb des Ringes sondern unter der durch die Sauerstoffatome aufgespannten Ebene liegt. Koordinationsabstände Cs-O liegen bei durchschnittlich 316 ± 26 pm unter Berücksichtigung aller fünf Koordinationen.

Wird die Koordination Cs-O(1) mit dem stark von den restlichen Werten abweichenden Abstand von 342,7 pm getrennt betrachtet, so ergibt sich für die vier verbliebenen Cs-O-Abstände ein Durchschnitt von 310 ± 8 pm.

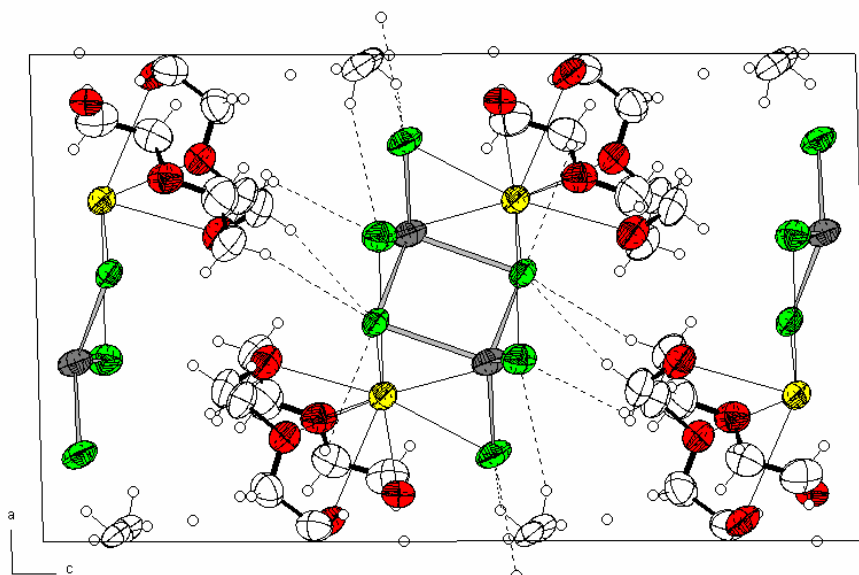


Abbildung 3.4-2 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Cs}(\text{15-Krone-5})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Das Cäsiumatom wird über eine hohe Entfernung ebenfalls von insgesamt vier Iodatomen zweier benachbarter Anionen koordiniert. Drei Koordinationen erfolgen zu einem Anion und weisen Cs-I-Abstände von 388-409 pm auf, die weitere Bindung zu einem anderen Anion findet sich bei 417 pm. Auf diese Weise verknüpfen zwei der komplexen Kationen $\text{Cs}[\text{15-Krone-5}]^+$ jeweils zwei Hexaiodomercuranionen zu Ketten, die sich entlang der kristallographischen b-Achse durch die Elementarzelle ziehen.

Tabelle 3.4-0 : Kristallstrukturdaten für [Cs(15-Krone-5)]₂[Hg₂I₆]

Summenformel	C ₂₀ H ₄₀ Cs ₂ Hg ₂ I ₆ O ₁₀
Molmasse	1868.92
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1216.88(3) 855.36(2) 2067.96(3)
α, β, γ (°)	90 91.5930(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	2.15165(8)
Formeleinheiten pro Zelle	2
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.885
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	13.136
Kristallgröße	
Messbereich (°)	$3.34 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-15 \leq h \leq 15$ $-9 \leq k \leq 11$ $-26 \leq l \leq 25$
Anzahl der gemessenen Reflexe	15833
Unabhängige Reflexe	4932 [R(int) = 0.0851]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	4932 / 0 / 182
Goodness-of-Fit an F ²	0.935
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0494, wR2 = 0.0979
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0925, wR2 = 0.1136
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1031 und -1152

3.5. Der Komplex Di(benzo-15-krone-5)cäsium-hexaiododimercurat(II)

3.5.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{Cs}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ wurde durch Kristallisation einer Lösung von $\text{Cs}_2[\text{HgI}_4]$ ($c_1=0,05 \text{ mol l}^{-1}$) und Benzo-15-Krone-5 ($c_1=0,0675 \text{ mol l}^{-1}$) in Methanol erhalten. Nach zwei Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbliche Kristalle, die aus Methanol umkristallisiert werden mussten.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.5-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.5-1 bis 3.5-5 zusammengefasst.

3.5.2. Diskussion der Kristallstruktur

Der Komplex kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle. Er besteht aus isolierten Paaren des bekannten $[Hg_2I_6]^{2-}$ Anions, das aus zwei kantenverknüpften HgI_4 Tetraedern besteht und des $[(Cs)(benzo-15-Krone-5)_2]^+$ Kations, das in Form eines Sandwichs vorliegt, bei dem das Alkalimetallkation von allen fünf Sauerstoffatomen beider Kronenether koordiniert ist. Das Cäsiumatom liegt dabei exakt zwischen den beiden Ringen und zwar 204 pm über der durch die Sauerstoffatome O1-O5 aufgespannten Ebene und 204 pm unter der Ebene der Sauerstoffatome O6-O10.

Die Sequenz der Torsionswinkel der beiden Benzo-15-Krone-5 Liganden sind bis auf das umgekehrte Vorzeichen identisch, beginnend mit O(1)-C(1)-C(2)-O(2) findet sich $g^- a g^- g^- a a g^+ g^+ a g^+ a a s a a$.

Die Quecksilberatome Hg(1) und Hg(1)#1 des $[\text{Hg}_2\text{I}_6]^{2-}$ Anions werden durch I(1) verbrückt. Diese Hg-I Bindung ist mit 291.76(4) [Hg(1)-I(1)] bzw. 292.46(4) [Hg(1)-I(1)#1] erwartungsgemäß länger als die endständigen Hg-I Bindungen (272 pm).

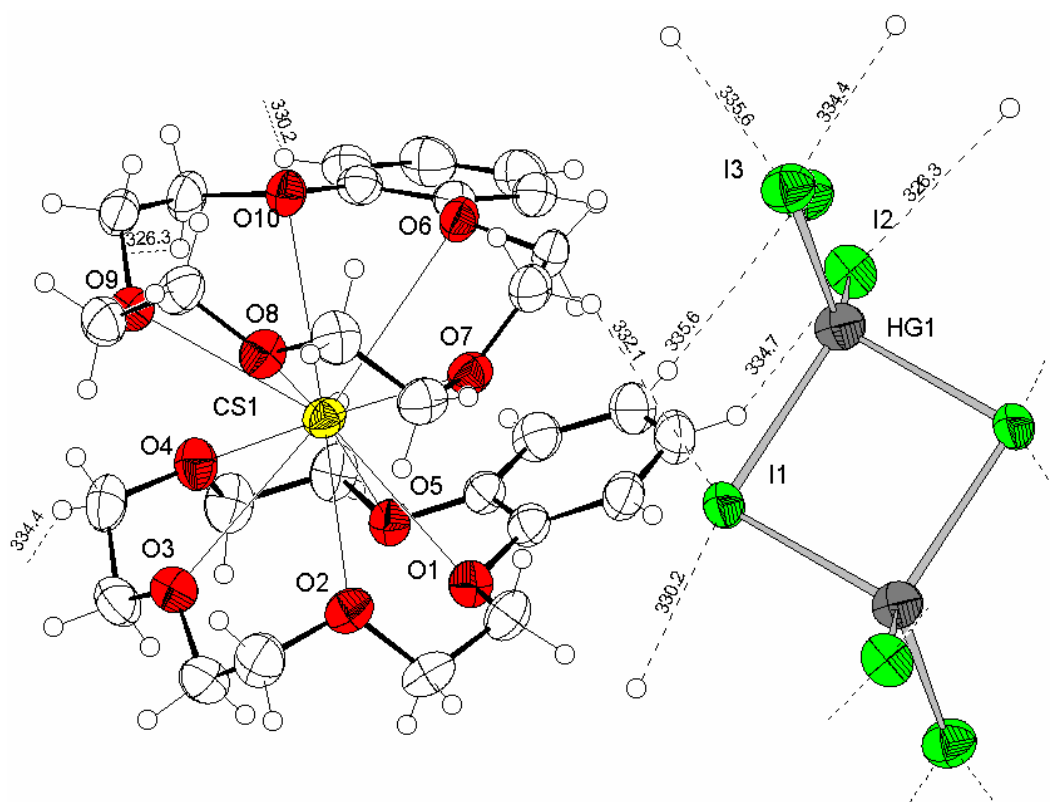


Abbildung 3.5-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Cs}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Eine vergleichende Diskussion dieser Verbindung mit **3.6** findet sich in **3.6.3**.

Tabelle 3.5-0 : Kristallstrukturdaten für [Cs(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₆]

Summenformel	C ₂₈ H ₄₀ Cs Hg I ₃ O ₁₀
Molmasse	1667.73
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1215.66(2) 2091.30(2) 1598.4
α,β,γ (°)	90 110.8280(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	3.79812(7)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.187
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	7.482
Kristallgröße	0,58×0,50×0,56
Messbereich (°)	$3.36 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-14 \leq h \leq 15$ $-20 \leq k \leq 27$, $-20 \leq l \leq 19$
Anzahl der gemessenen Reflexe	28879
Unabhängige Reflexe	8729 [R(int) = 0.0471]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	8729 / 0 / 388
Goodness-of-Fit an F ²	1.068
Endgültige R-Werte [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0362, wR2 = 0.0829
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0486, wR2 = 0.0888
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1482 und -1084

3.6. Der Komplex *Di(benzo-15-krone-5)kalium-hexaiododicadmat(II)*

3.6.1. Synthese und Charakterisierung

[K(B-15-K-5)₂][Cd₂I₆] wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes CdI₂ und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung von Einkristallen wurden Lösungen des Schwermetallsalzes ($c=0.001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0.001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle in Methanol umkristallisiert.

Es bildeten sich nach einigen Wochen farblos bis zartgelbe, durchsichtige glänzende Kristalle.

Die Messung erfolgte mit einer Schrittweite von $0,3^\circ$ in ω , einer Zählzeit von 10 s pro Frame.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.6-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.6-1 bis 3.6-5 zusammengefasst.

3.6.2. Diskussion der Kristallstruktur

Der Komplex kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle. Er besteht aus isolierten Paaren des bekannten $[\text{Cd}_2\text{I}_6]^{2-}$ Anions [vgl. 3.9], das aus zwei kantenverknüpften CdI_4 Tetraedern besteht und des $[(\text{K})(\text{Benzo-15-Krone-5})_2]^+$ Kations, das in Form eines Sandwichs vorliegt, bei dem das Alkalimetallkation von allen fünf Sauerstoffatomen beider Kronenether koordiniert ist. Das Kaliumatom liegt dabei exakt zwischen den beiden Ringen und zwar $175,2 \pm 0,2$ pm über der durch die Sauerstoffatome O1-O5 aufgespannten Ebene und $178,7 \pm 0,2$ pm unter der Ebene der Sauerstoffatome O6-O10.

Die Sequenz der Torsionswinkel der beiden Benzo-15-Krone-5 Liganden sind bis auf das umgekehrte Vorzeichen identisch, beginnend mit O(1)-C(1)-C(2)-O(2) findet sich $g^- a g^- g^- a g^+ g^+ a g^+ a a s a a$.

Die Quecksilberatome Cd(1) und Cd(1)#1 des $[\text{Cd}_2\text{I}_6]^{2-}$ Anions werden durch I(1) verbrückt. Diese Hg-I Bindungen sind mit 289 pm erwartungsgemäß länger als die endständigen Hg-I Bindungen (273 pm).

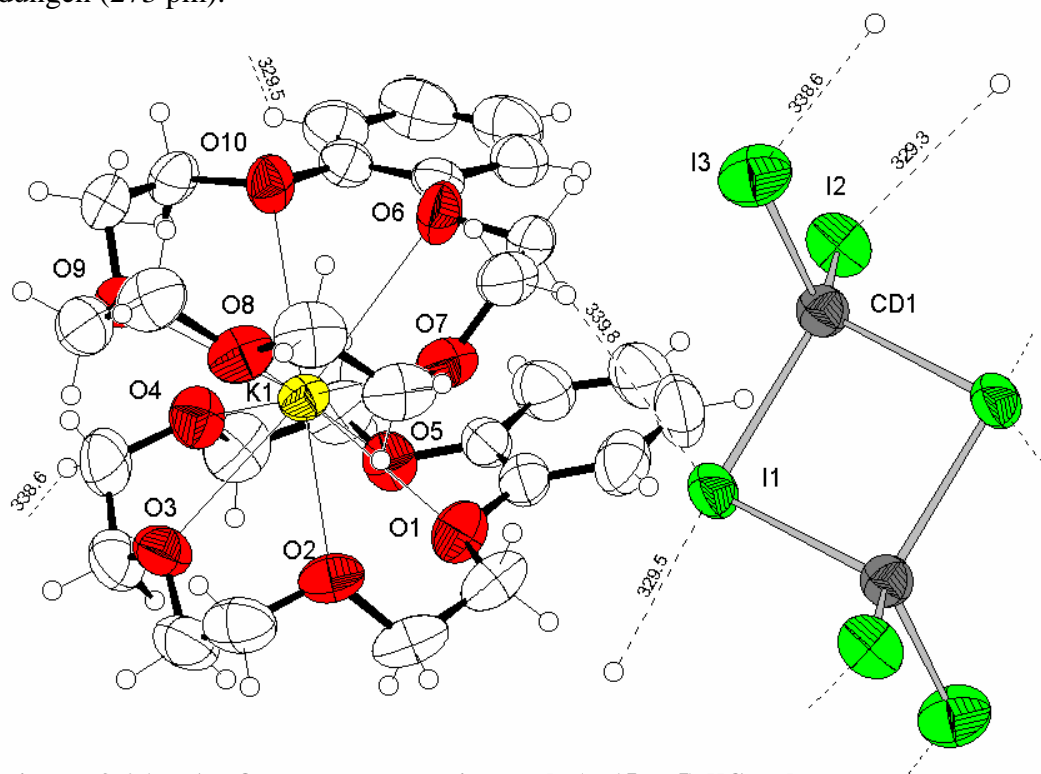


Abbildung 3.6-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{K}(\text{B-15-K-5})_2][\text{Cd}_2\text{I}_6]$

Eine vergleichende Diskussion dieser Verbindung mit 3.5 findet sich in 3.6.3.

Tabelle 3.6-0 : Kristallstrukturdaten für $[\text{K}(\text{B-15-K-5})_2][\text{Cd}_2\text{I}_6]$

Summenformel	$\text{C}_{28} \text{H}_{40} \text{Cd} \text{I}_3 \text{K} \text{O}_{10}$
Molmasse	1068.80
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	$\text{P2}_1/\text{c}$
Raumgruppe	monoklin
Zelldimensionen	
A,b,c (pm)	1243.020(10) 2118.9 1543.51(2)
α, β, γ (°)	90 109.83 90
Zellvolumen (nm^3)	3.82426(6)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m^3)	1.856
Absorptionskoeffizient (mm^{-1})	3.147
Kristallgröße	$0,80 \times 0,28 \times 0,34$
Messbereich (°)	$3.40 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-16 \leq h \leq 16,$ $-27 \leq k \leq 27$ $-20 \leq l \leq 13$
Anzahl der gemessenen Reflexe	28370
Unabhängige Reflexe	8756 [$R(\text{int}) = 0.0710$]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F^2
Daten / Restraints / Parameter	8756 / 0 / 388
Goodness-of-Fit an F^2	0.962
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0451, wR2 = 0.0850$
R-Werte (sämtliche Daten)	$R1 = 0.1006, wR2 = 0.1024$
Restelektronendichte (max./min.) ($\text{e} \cdot \text{nm}^{-3}$)	786 und -1116

3.6.3. Vergleich der isostrukturellen Verbindungen 3.5 und 3.6

Die Verbindungen $[\text{Cs}(\text{B-15-K-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ und $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}_2\text{I}_6]$ sind isostrukturell mit der von Rogers/Bond charakterisierten Verbindung $[(\text{NH}_4)(\text{benzo-15-Krone-5})_2]_2 [\text{Cd}_2\text{I}_6]$, sowie der Verbindung $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ [40]. Das Kation $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2]^+$ findet sich auch in der polymeren Verbindung **3.7**.

Der Austausch des Schwermetalls Cadmium gegen Quecksilber hat keine wesentliche Auswirkung, bis auf die geringfügige Verlängerung der M(1)-I(1) Bindung um 5 pm von 288 pm auf 292 pm.

Im Sandwichkation von **3.5** und **3.6** wirkt sich das Zentralatom Cs (1) bzw. K(1) (bei Rogers/Bond NH_4^+) durch erwartungsgemäß unterschiedliche Bindungsabstände zu den Ethersauerstoffen und damit auch zu der von diesen aufgespannten Ebene aus. Cäsium liegt als größeres Kation mit 301-326 pm (O1-O5) bzw. 304-331 pm (O6-O10) um 15-20 pm weiter von den Ethersauerstoffen entfernt als Kalium mit 286-306 pm (O1-O5) bzw. 276-316 pm (O6-O10), die Entfernung von der Ebene ist um die gleiche Größenordnung (24-29 pm) höher.

Diese beträgt nur rund 18 pm in **3.6**, wobei die Abstände des Zentralatoms zu den beiden der Benzogruppe benachbarten Sauerstoffen mit 289-307 pm durch die räumliche Abstoßung dieser Gruppen erwartungsgemäß am größten und die des der Benzogruppe gegenüberliegenden O3 mit 287 pm am geringsten ist. O2 und O4 nehmen mit 289 bzw. 286 pm eine mittlere Stellung ein. Der durch die Atome O6-O10 gebildete Kronenether weist ähnliche Abstände auf. Es findet sich allerdings in **3.5** eine höhere Schwankungsbreite von 23 pm (O1-O5) bzw. 39 pm (O6-O10) und eine stärkere Verzerrung als im $[\text{K}(\text{B-15-K-5})_2]^+$ Kation der Verbindung **3.6**.

In beiden Verbindungen finden sich schwache Wasserstoffbrücken der Form $[\text{C-H} \cdots \text{I}]$, die von sämtlichen Iodatomen des Anions ausgehen und bei Abständen von mehr als 326 pm auftreten.

3.7. Der Komplex Di(benzo-15-krone-5)kalium-pentaiododimercurat(II)

3.7.1. Synthese und Charakterisierung

$[K(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_5]$ wurde durch Kristallisation einer Lösung von HgI_2 ($c_1=0,01 \text{ mol l}^{-1}$), KI ($c_1=0,0025 \text{ mol l}^{-1}$), und Benzo-15-Krone-5 ($c_1=0,0025 \text{ mol l}^{-1}$) in Methanol erhalten. Nach einer Woche bildeten sich gelbliche, durchsichtig glänzende Kristalle.

Dieser Ansatz zur Kristallisation variiert das $\text{HgI}_2 : \text{KI}$ Verhältnis auf 4:1, setzt also einen Überschuss des Schwermetallsalzes ein. Aus anderen Arbeiten war bereits aus einem Ansatz mit einem $\text{HgI}_2 : \text{KI}$ Verhältnis von 1:2 bekannt, dass eine Verbindung der Zusammensetzung $[K(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ bildete [siehe **3.6.3**].

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.7-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.7-1 bis 3.7-4 zusammengefasst.

3.7.2. Diskussion der Kristallstruktur

Bereits bekannt ist eine Verbindung ähnlicher formaler Struktur $\text{Cs}_3\text{Hg}_2\text{I}_5$ [41], die allerdings im Gegensatz zu dieser diskutierten Verbindung aus $[\text{Hg}_2\text{I}_4]^-$ und I^- -Ionen aufgebaut ist und somit nicht mit den hier gefundenen polymeren Iodomercuratketten zu vergleichen ist.

Die Verbindung $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_5]$ kristallisiert in der triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ mit 2 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie setzt sich aus polymeren Ketten von $[(\text{Hg}_2\text{I}_5)]_\infty$ zusammen, die aus miteinander verknüpften Hg_2I_6 Einheiten bestehen, die über gemeinsame Iodidionen trans-verknüpft und über $-\text{CH}\cdots\text{I}$ Wasserstoffbrücken an $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2]^+$ Kationen gebunden sind.

Die Bindungslängen dieser Wasserstoffbrücken liegen bei 327 bis 336 pm.

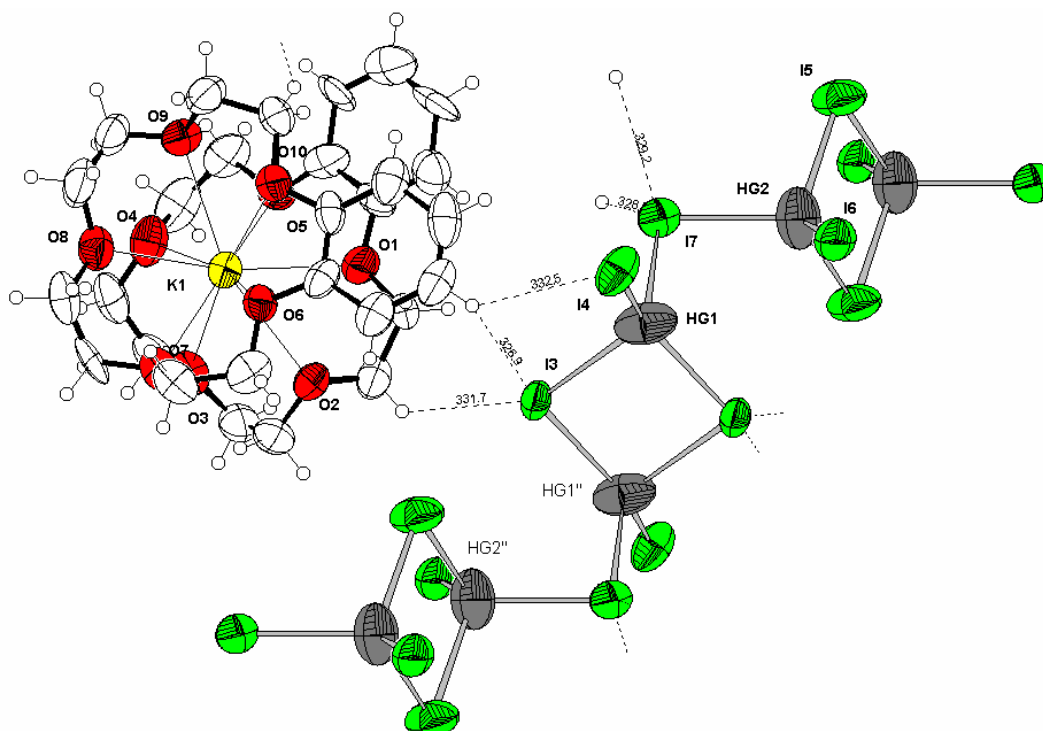


Abbildung 3.7-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_5]$

Innerhalb der Kette weisen die Hg-I Bindungen unterschiedliche Abstände auf. Die terminalen Bindungen Hg(1)-I(4) und Hg(2)-I(6) sind mit 263 pm bzw. 265 pm kürzer als die Hg-I Brückenbindungen innerhalb einer $[(\text{Hg}_2\text{I}_5)]$ Einheit mit durchschnittlich 289 pm.

Es wechseln sich zwei dieser C_i Symmetrie aufweisenden $[(Hg_2I_5)^-]$ Bausteine ab, von der der Hg(2) enthaltene symmetrisch ist und gleichmäßige Hg-I Abstände von jeweils 288 pm innerhalb seiner Brücken aufweist, der Hg(1) enthaltene dagegen unsymmetrisch verzerrt ist und somit unterschiedliche Abstände von 304 pm (Hg(1)-I(3)) bzw. 274 pm (Hg(1)-I(3)#1) aufweist. Packungseffekte könnten der Grund für diese unterschiedlichen Bindungslängen sein.

Übereinstimmend mit dem komplexen Kation $[K(\text{benzo-15-Krone-5})_2]^+$ in anderen Verbindungen [3.6, 3.8] finden sich K-O Bindungsabstände zwischen 277 und 298 pm, die größten Abstände finden sich zu den Sauerstoffatome nahe der Benzogruppe, die kürzesten zu den der Benzogruppe gegenüberliegenden. Abstände für C-O-Bindungen schwanken zwischen 133 und 146 pm, die C-C-Einfachbindungen liegen in beiden Kronenethern bei durchschnittlich 149 pm, die aromatischen C-C-Bindungen sind ebenfalls in beiden Liganden bei durchschnittlich 138 pm zu finden.

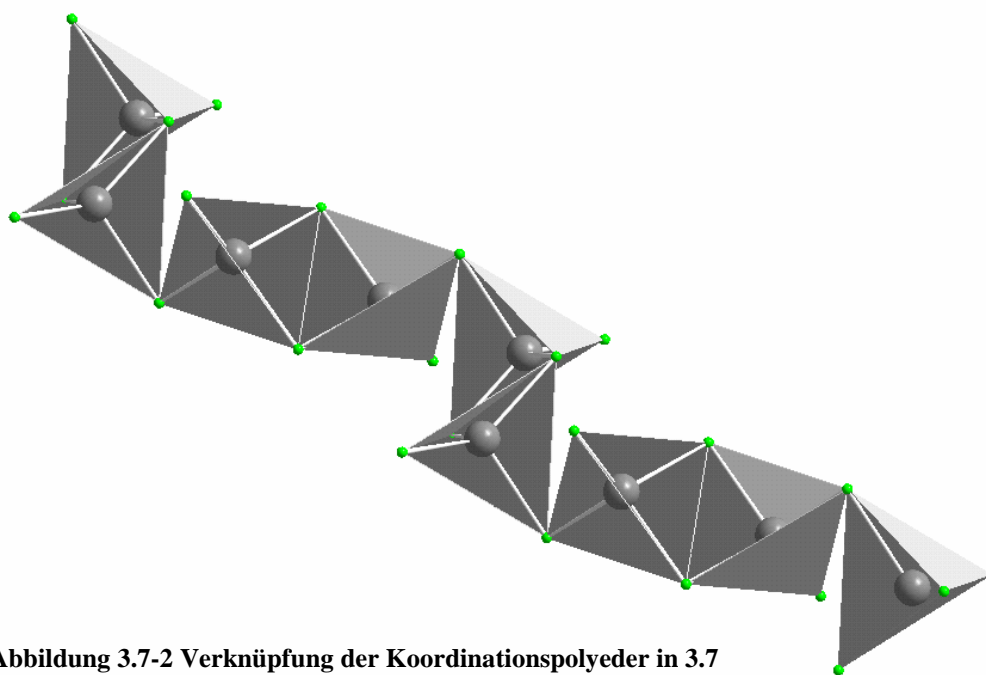


Abbildung 3.7-2 Verknüpfung der Koordinationspolyeder in 3.7

In der von *Bach, Hoyer, Hartl* charakterisierten Verbindung $[Li(CH_3CN)_4]_4 [Cd_6I_{16}]$ finden sich kantenverknüpfte Dimere von $Cd_2I_6^{2-}$ als Grundbausteine. Drei dieser Einheiten sind jeweils über Ecken verknüpft. Obwohl beide Strukturen einen fast identischen Aufbau des Anions zeigen, ist ein Vergleich von Bindungswinkeln und – längen der CdI_4 -Tetraeder mit den HgI_4 -Tetraedern auf Grunde der unterschiedlichen Kationen und unbekannten Einflüssen von in den Kristall eingelagerten Lösemittelmolekülen auf das $[Cd_6I_{16}]^{4-}$ Ion nicht informativ.

Tabelle 3.7-0 : Kristallstrukturdaten für [K(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₅]

Summenformel	C ₂₈ H ₄₀ O ₁₀ Hg ₂ I ₅ K
Molmasse	805.69
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P $\bar{1}$
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1271.730(10) 1327.650(10) 1453.070(10)
α,β,γ (°)	114.6240(10) 90.7940(10) 104.1070(10)
Zellvolumen (nm ³)	2.14440(131)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.496
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	10.891
Kristallgröße	0,58 × 0,62 × 0,70
Messbereich (°)	3.10 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-16 ≤ h ≤ 16, -16 ≤ k ≤ 17 -18 ≤ l ≤ 18
Anzahl der gemessenen Reflexe	15619
Unabhängige Reflexe	9473 [R(int) = 0.0706]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	9473 / 0 / 416
Goodness-of-Fit an F ²	0.927
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0722, wR2 = 0.1792
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1373, wR2 = 0.2125
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2735 und -2849

3.8. *Der Komplex catena-(kalium-bis(benzo-15-krone-5)-tris(mu-thiocyanato)-cadmium(II))*

3.8.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$ wurde durch die Übersättigung von 4 ml einer methanolischen Lösung von $\text{K}_2[\text{Cd}(\text{SCN})_4]$ ($c_1 = 0,01 \text{ mol l}^{-1}$) mit 4 ml einer ebenfalls methanolischen Lösung von Benzo-15-Krone-5 ($c_1 = 0,005 \text{ mol l}^{-1}$) dargestellt. Nach einigen Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbliche Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.8-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.8-1 bis 3.8-4 zusammengefasst.

3.8.2. Diskussion der Kristallstruktur

Der Komplex kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $P2_12_12_1$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Neben einer polymeren Kette der Zusammensetzung $[\text{Cd}(\text{SCN})_3]^-$ entlang der Schraubenachse (kristallographische a-Achse) findet sich das schon aus anderen Strukturen [3.5, 3.6] bekannte komplexe $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2]^+$ Sandwichkation.

Es wurde bereits eine isostrukturelle Verbindung $[\text{NH}_4(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$ charakterisiert [42].

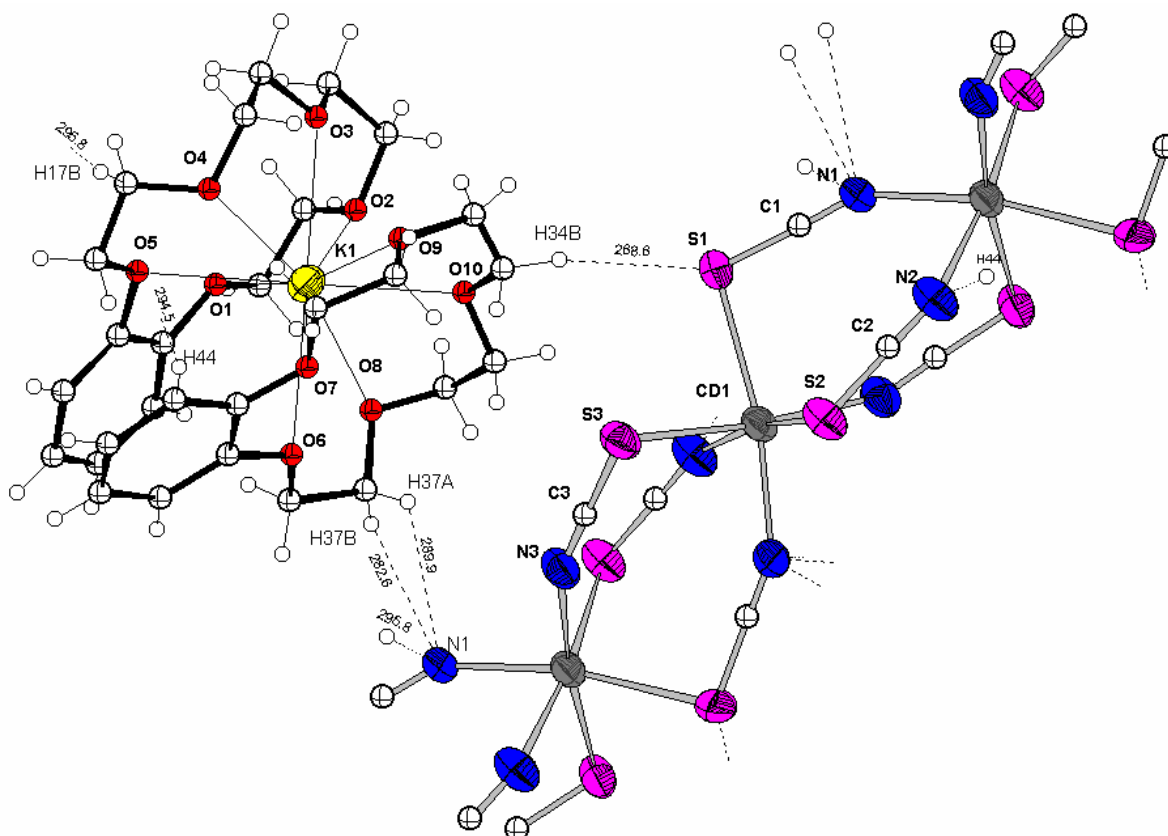


Abbildung 3.8-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$

Liganden ohne thermische Elipsoide

Im komplexen Kation $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2]$ wird das Zentralatom Kalium von jedem Sauerstoffatom beider Kronenether insgesamt zehnfach koordiniert. Bindungsabstände für diese K-O-Bindungen liegen bei 292 ± 18 pm, ein Wert, der sich auch in anderen Verbindungen findet. Alle weiteren Bindungslängen und -winkel sind ebenfalls mit den diskutierten Alkalimetall-Sandwichkomplexen des Liganden 15-Krone-5 übereinstimmend.

In der polymeren Kette ist das Cadmiumatom oktaedrisch von Thiocyanatgruppen koordiniert. Drei dieser Thiocyanatgruppen sind S-, drei weitere N-koordiniert. Die C-Atome der Thiocyanatgruppe verknüpfen somit zwei Dreiecksflächen dieser Koordinationspolyeder. Die Cd-S-Bindungslängen liegen bei $275,3 \pm 1,5$ pm und stimmen somit denen im Edukt $\text{Cd}(\text{SCN})_2$ [43] von durchschnittlich 276 pm überein, die Cd-N-Bindungsabstände liegen bei $231,9 \pm 2,8$ pm, geringfügig über denen des Edukts von durchschnittlich 224 pm.

Innerhalb des Thiocyanat-Ions stimmen die N-C-Bindungen mit $114,9 \pm 1,7$ pm und C-S-Bindungen mit $164,8 \pm 0,3$ pm ebenfalls recht exakt mit denen des Edukts und analogen ionischen Verbindungen wie z.B. NaSCN [44] oder NH_4SCN [45] überein.

Wasserstoffbrücken zwischen den Thiocyanatgruppen und dem Liganden beginnen bei Abständen von 282 pm für $[\text{C}-\text{H} \cdots \text{N}]$ Bindungen und 289 pm für $[\text{C}-\text{H} \cdots \text{S}]$ Bindungen.

Die Abb. 3.8-2 zeigt einen Ausschnitt der Sphäre von sechs durch Wasserstoffbrücken gebundenen komplexen Kationen um die polymere Kette.

Die polymere Kettenstruktur ist bereits aus Verbindungen von z.B. 18-Krone-6-Komplexen [46] bekannt. Auch eine Benzo-18-Krone-6 Verbindung [47] hat eine vergleichbare Struktur in der lediglich im komplexen Kation das Kalium durch die Größe des Koordinations-Hohlraums im Zentrum eines Liganden liegt und nicht als Sandwichkation koordiniert ist.

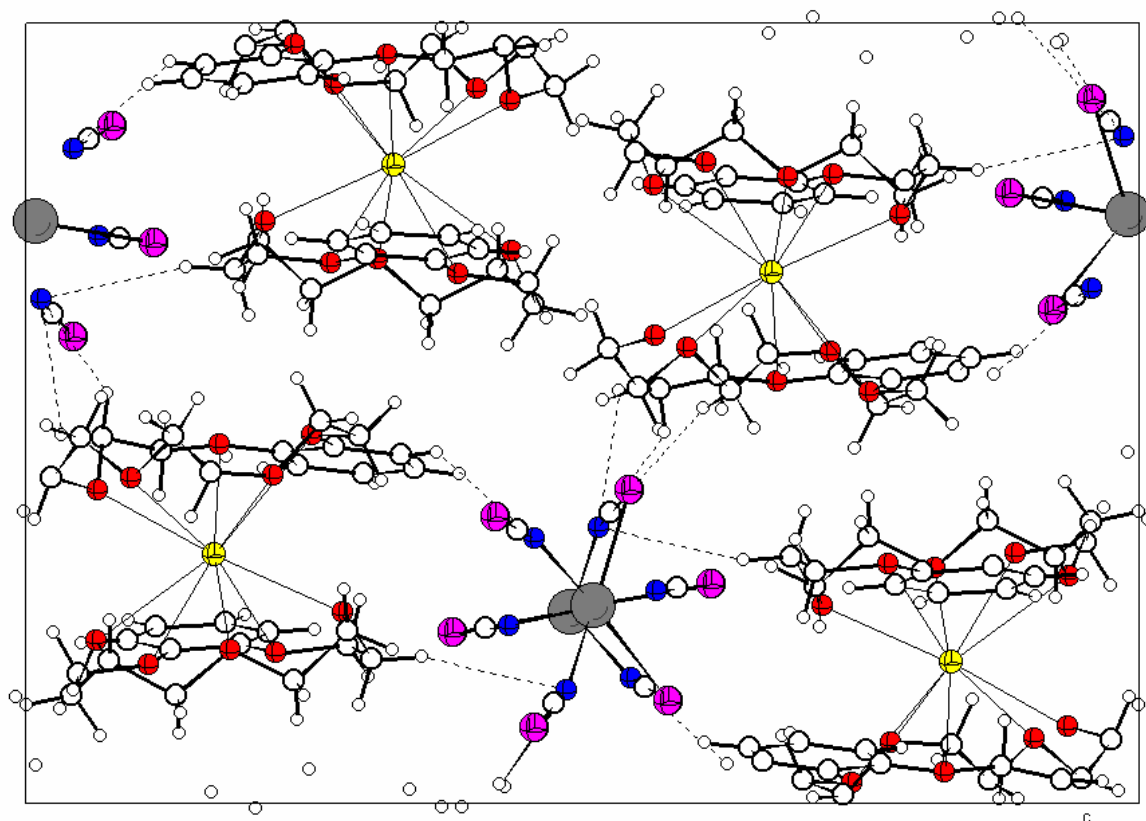


Abbildung 3.8-2 Elementarzelle von $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$ in Richtung der a-Achse

Tabelle 3.8-0 : Kristallstrukturdaten für $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$

Summenformel	$\text{C}_{31} \text{H}_{40} \text{Cd K N}_3 \text{O}_{10} \text{S}_3$
Molmasse	862.34
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	$\text{P2}_1\text{2}_1\text{2}_1$
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1105.580(10) 1537.000(10) 2199.29(3)
α, β, γ (°)	90 90 90
Zellvolumen (nm^3)	3.73720(7)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m^3)	1.533
Absorptionskoeffizient (mm^{-1})	0.920
Kristallgröße	$0,48 \times 0,52 \times 0,34$
Messbereich (°)	$3.24 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-12 \leq h \leq 14$ $-19 \leq k \leq 19$ $-23 \leq l \leq 28$
Anzahl der gemessenen Reflexe	28994
Unabhängige Reflexe	8576 [$R(\text{int}) = 0.0538$]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F^2
Daten / Restraints / Parameter	8576 / 0 / 442
Goodness-of-Fit an F^2	0.982
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0329$, $wR2 = 0.0706$
R-Werte (sämtliche Daten)	$R1 = 0.0454$, $wR2 = 0.0757$
Restelektronendichte (max./min.) ($\text{e} \cdot \text{nm}^{-3}$)	298 und -679

3.9. Der Komplex Tri(dibenzo-24-krone-8)dicäsium-hexaiododimercurat(II)

3.9.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})_3][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ wurde durch die Diffusion einer Lösung der Metalliodide und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 10 ml einer methanolischen Lösung von HgI_2 ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und CsI ($c = 0,02 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 20 ml der methanolischen 12-Krone-4 Lösung ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach einigen Wochen und der erneuten Umkristallisierung aus Methanol bildeten sich gelbliche, glänzende zum Teil undurchsichtig Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.9-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.9-1 bis 3.9-4 zusammengefasst.

3.9.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der zentrosymmetrischen triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ mit 2 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus dem bereits bekannten Hexaiodomercurat-Anion [siehe 3.5, 3.15] und dem komplexen Kation $[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})]^{2+}$.

Die Hg-I Bindungen innerhalb des Hexaiododimercurat(II)-ions haben die für dieses Anion typischen Bindungslängen. Die verbrückenden Bindungen sind mit 292 bis 298 pm erwartungsgemäß länger als die terminalen Bindungen von 266 bis 271 pm. Die Bindungswinkel weichen von der idealen Tetraederform ab, in dem der Winkel zwischen den terminalen I-Atomen auf 125° bzw. 127° aufgeweitet, der zwischen den verbrückenden I-Atomen auf 82° zusammengezogen ist, so dass sich zwischen den zwei durch Iodatomen verbrückten Quecksilberatomen eine annähernd quadratische Struktur ausbildet.

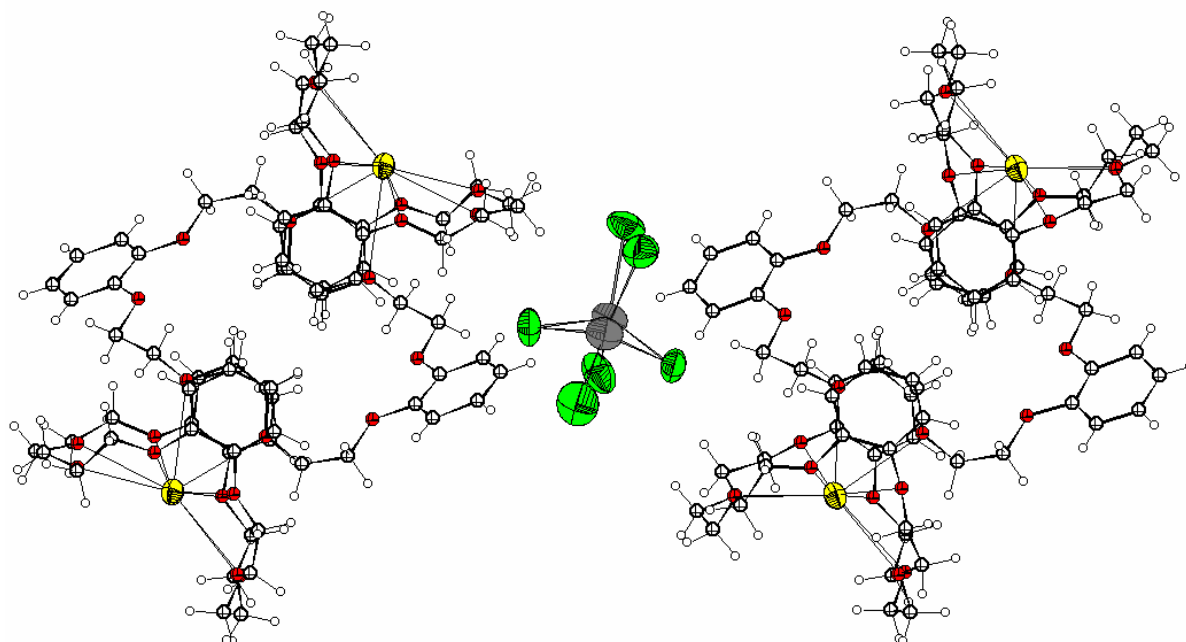


Abbildung 3.9-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Liganden ohne thermische Elipsoide

Im komplexen Kation wird jedes Cäsiumatom von je zehn Ethersauerstoffen der Liganden koordiniert. Die Koordination erfolgt von allen acht Sauerstoffatomen eines Dibenzo-24-Krone-8 Liganden der dadurch so verformt wird, dass er sich um das Cäsiumatom "herumlegt" [Abb. 3.9-3], sowie von zwei weiteren Sauerstoffatomen auf einer Seite des Liganden der zwischen zwei dieser gewinkelten, komplett koordinieren Liganden liegt [Abb.3.9-2]. Bindungsabstände der von den Kronenethern koordinierten Sauerstoffatomen zum Zentralatom Cäsium schwanken recht stark zwischen 308 pm bis 345 pm, die der Koordination Cs(1)-O sind im Durchschnitt 10 pm länger als die von Cs(2)-O. Die durch die Koordination auftretende Verformung des Liganden ist in gleicher Weise auch in der Verbindung catena-(bis(mu-cyano)-(dibenzo-24-Krone-8)-Cäsium) [48] zu beobachten, in der Cs-O-Bindungsabstände von 334 ± 16 pm in derselben Größenordnung mit vergleichbarer Schwankungsbreite vorliegen.

Es muss zwischen den deformierten Liganden, die nur vollständig zu einem Cäsiumatom koordinieren und dem gestreckten Liganden, der zu beiden Cäsiumatomen koordiniert unterschieden werden. Die Bindungsabstände Cs-O des gestreckten Liganden liegen bei durchschnittlich 317 ± 6 pm zu Cs(1) bzw. $307,9 \pm 0,1$ pm zu Cs(2) und sind somit durchschnittlich 16 pm kürzer als die Koordinationsabstände der Ethersauerstoffe der gekrümmten Liganden mit 333 ± 12 pm zu Cs(1) bzw. 324 ± 12 pm zu Cs(2).

Zwischen zwei der komplexen Kationen finden sich Wasserstoffbrücken [-CH ... O], beginnend ab einem Abstand von 257 pm, zwischen den Anionen und komplexen Kationen beginnen [-CH ... I] Wasserstoffbrücken ab einem größeren Abstand von 306 pm.

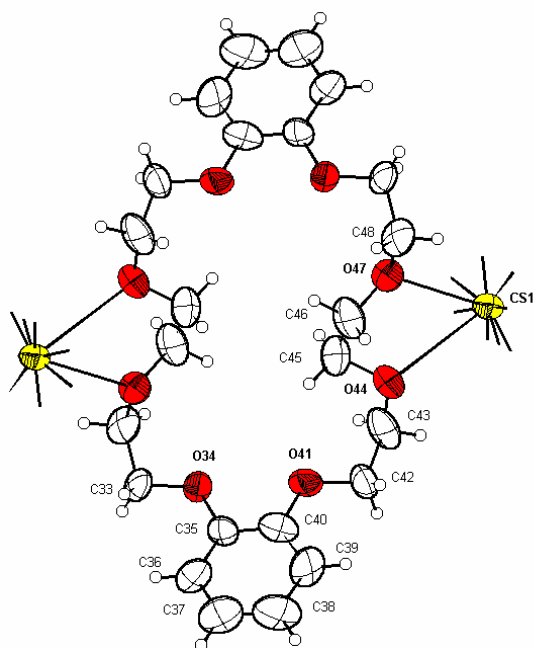


Abbildung 3.9-2 Koordination des Cäsium in 3.9

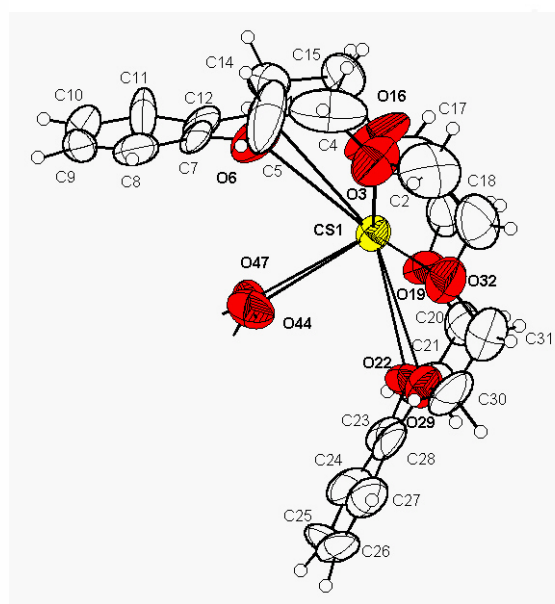


Abbildung 3.9-3 Koordination des Cäsium in 3.9

Tabelle 3.9-1 : Kristallstrukturdaten für $[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})_3][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Summenformel	$\text{Cs}_2 \text{C}_{72} \text{H}_{96} \text{O}_{24} \text{Hg}_2\text{I}_6$
Molmasse	1386.94
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	$P \bar{1}$
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1256.05(2) 1646.37(2) 2302.41(4)
α, β, γ (°)	89.5230(10) 75.9740(10) 83.5540(10)
Zellvolumen (nm ³)	4.58917(12)
Formeleinheiten pro Zelle	2
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.007
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	6.206
Kristallgröße	0,46 × 0,22 × 0,30
Messbereich (°)	$1.82 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-16 \leq h \leq 11,$ $-21 \leq k \leq 21$ $-29 \leq l \leq 26$
Anzahl der gemessenen Reflexe	34577
Unabhängige Reflexe	20493 [R(int) = 0.1214]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F^2
Daten / Restraints / Parameter	20493/0/955
Goodness-of-Fit an F^2	0.874
Endgültige R-Werte [$I > 2\sigma(I)$]	$R1 = 0.0905, wR2 = 0.1986$
R-Werte (sämtliche Daten)	$R1 = 0.2882, wR2 = 0.2728$
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	3552 und -1670

3.10. Der Komplex Di(dibenzo-24-krone-8)kalium-hexaiododicadmat(II)

3.10.1. Synthese und Charakterisierung

$[K(\text{dibenzo-24-Krone-8})]_2[\text{Cd}_2\text{I}_6]$ wurde durch die Diffusion einer Lösung der Metalliodide und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 10 ml einer methanolischen Lösung von CdI_2 ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und KI ($c = 0,02 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 20 ml der methanolischen 12-Krone-4 Lösung ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach einigen Wochen bildeten sich gelbliche, glänzende, durchsichtig Kristalle.

Auf Grund einer Fehlordnung wurde die Position des vom Liganden koordinierten Kaliumatoms aufgespalten und die Positionen der Splitatome getrennt verfeinert (K1, K2) .

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.10-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.10-1 bis 3.10-4 zusammengefasst.

3.10.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der zentrosymmetrischen triklinen Raumgruppe $P\bar{1}$ mit einer Formeleinheit pro Elementarzelle.

Sie besteht aus dem Anion $[\text{Cd}_2\text{I}_6]^{2-}$, das bereits aus verschiedenen Verbindungen bekannt ist [vgl.3.6] und dem komplexen Kation $[\text{K}(\text{dibenzo-24-Krone-8})]^+$.

Die Bindungswinkel im Anion weichen in dieser Verbindung weniger vom idealen Tetraederwinkel ab und liegen zwischen 94° und 115° , die Bindungslängen liegen im zu erwartenden Bereich mit 285 pm für die verbrückenden und 272 pm für die terminalen Cd-I-Bindungen.

Auf Grund der geringer Größe des Kaliumions von 133 pm im Vergleich zum Cäsiumion mit 167 pm [49], ergibt sich keine mit **3.9** isostrukturelle Verbindung. Es findet sich dagegen eine Fehlordnung der Kaliumatome an zwei nahezu gleichwertigen Positionen innerhalb des Liganden. Eine der Positionen (K#1) wird von fünf Ethersauerstoffen und einem Iodatome des Anions in einer Art pentagonaler Pyramide koordiniert, die andere (K#2) nur von 4 Ethersauerstoffen (einer der Sauerstoffe koordiniert zu beiden Positionen).

Die K-O Abstände liegen für die Koordination K#1-O bei durchschnittlich 287 ± 16 pm, für K#2-O bei 296 ± 10 pm, und somit vergleichbar mit Verbindungen der Literatur.

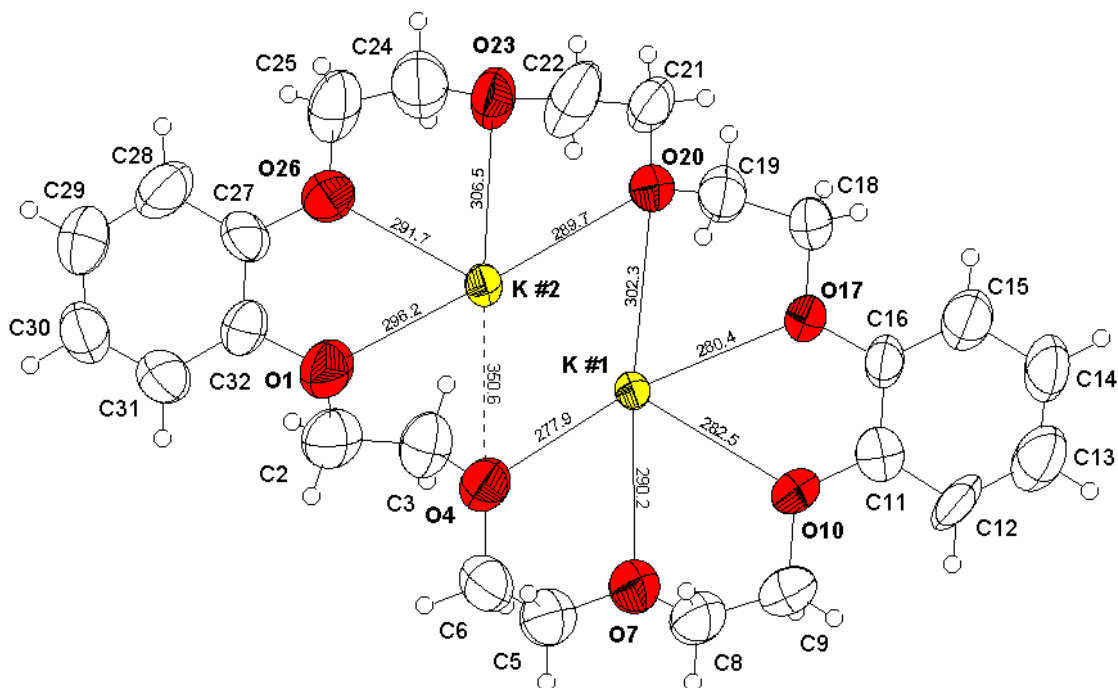


Abbildung 3.10-1 Fehlordnung im komplexen Kation $[\text{K}(\text{dibenzo-24-Krone-8})]^+$.

Die höher koordinierte Position hat einen höheren Besetzungsanteil, die Verteilung liegt etwa bei $\frac{3}{4}$ zu $\frac{1}{4}$. Die geringer besetzte Position K#2 zeigt zusätzlich eine weitreichende Koordination zu den Ethersauerstoffen eines benachbarten Liganden bei K-O-Abständen von mehr als 393 pm.

Aus anderen Verbindungen ist bekannt, dass Kalium wie in (Dibenzo-24-Krone-8) bis(kaliumisothiocyanat) [50] beide, oder aber wie in (Dibenzo-24-Krone-8)kalium-(tetraiodotricuprat) [51] nur eine der hier fehlgeordnete Positionen vollständig besetzen kann. Es ist nicht vollständig zu klären, ob diese unterschiedliche Koordination des Kaliums zum Liganden von seinen weiteren Koordinierungen abhängig ist, oder es bei diesem Ionenradius eher zufällig zu verschiedenen Besetzungen kommt.

Das mit einem Ionenradius von 134 pm [52] vergleichbare Ba^{2+} Kation besetzt in der Verbindung Diperchlorato-(dibenzo-24-Krone-8)-barium [53] keinen vergleichbaren Platz, sondern wird von allen 8 Sauerstoffatomen des Liganden koordiniert, der in dieser Struktur schraubenartig um das Zentralatom verzerrt ist. Auch bei dem weit kleineren Natriumkation, das nur einen Ionenradius von 97 pm aufweist, sind Strukturen bekannt in denen der Ligand zu zwei Zentralatomen koordiniert und eine annähernd gestreckte Form annimmt, wie in (Dibenzo-24-Krone-8)-di-natrium bis(o-nitrophenolat)-di-natrium[54] oder in (Dibenzo-24-Krone-8)-natriumhexafluorophosphat [55] analog der Bariumverbindung stark verformt vorliegt.

Innerhalb des Liganden liegen alle weiteren Bindungen bei den üblichen Erwartungswerten für den freien Liganden [56]. Für C-O-Bindungen finden sich durchschnittlich 140 ± 5 pm, für aliphatische C-C-Bindungen 146 ± 7 pm und für aromatische C-C-Bindungen 138 ± 4 pm.

Die Koordination eines Iodatoms des Hexaiodocadmat-ions zum Zentralatom des komplexen Kations hat in dieser Struktur keinen Einfluss auf die Bindungsverhältnisse im Anion, die nahezu identisch mit dessen nicht koordinierender Form in anderen Verbindungen sind. Die K#1-I(5) Bindungslänge ist mit 368,4 pm in der Größenordnung von weitreichenden Wasserstoffbrückenbindungen einzuordnen.

Die Verbindung weist außerdem Wasserstoffbrücken [-CH ... I] zwischen dem Anion und dem komplexen Kation beginnend ab einem Abstand von 316 pm auf.

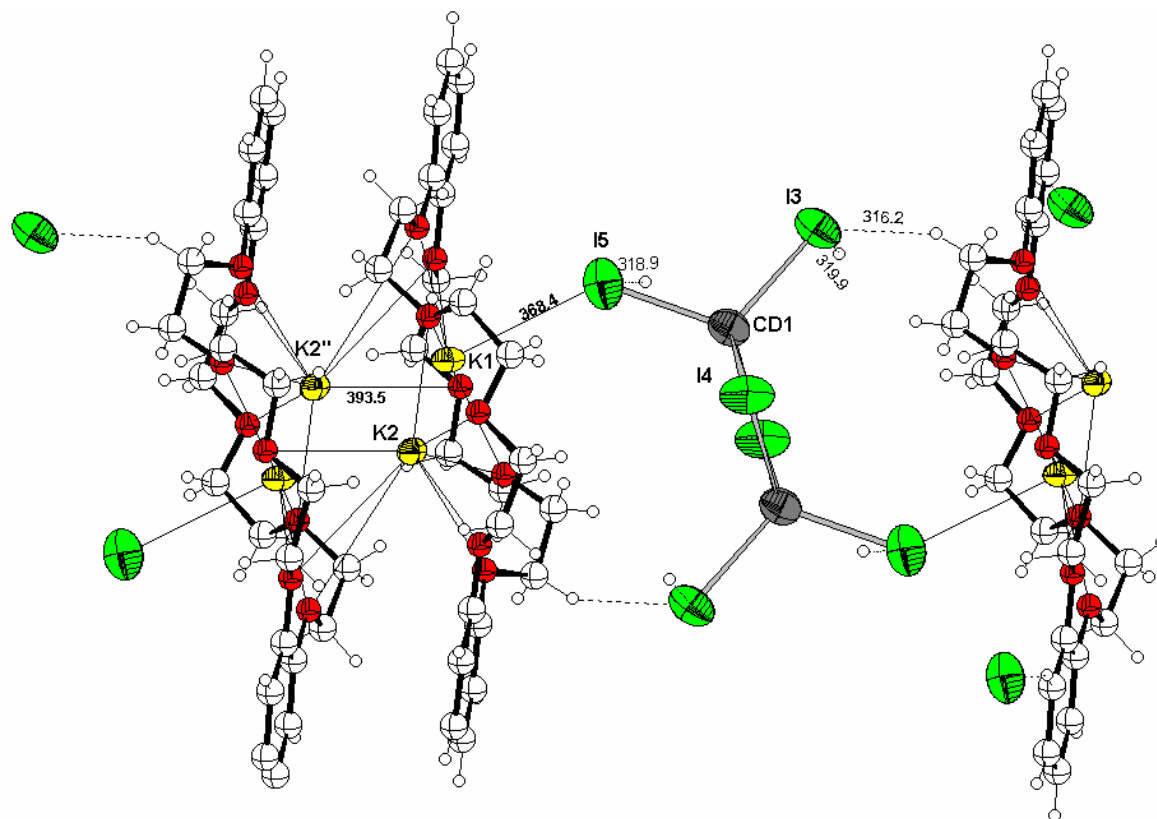


Abbildung 3.10-2 DIAMOND-Plot von $[K(\text{dibenzo-24-Krone-8})]_2[\text{Cd}_2\text{I}_6]$
(Liganden ohne thermische Elipsoide)

Tabelle 3.10-0 : Kristallstrukturdaten für [K(dibenzo-24-Krone-8)]₂[Cd₂I₆]

Summenformel	C ₄₈ H ₆₄ O ₁₆ Cd ₂ I ₆ K ₂
Molmasse	1961.39
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P $\bar{1}$
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1159.31(3) 1269.53(3) 1303.15(3)
α, β, γ (°)	77.2490(10) 73.0390(10) 66.30
Zellvolumen (nm ³)	1.66802(49)
Formeleinheiten pro Zelle	1
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.953
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	3.594
Kristallgröße	0.30 × 0.18 × 0.14
Messbereich (°)	3.30 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-15 ≤ h ≤ 14 -16 ≤ k ≤ 16 -16 ≤ l ≤ 11
Anzahl der gemessenen Reflexe	12685
Unabhängige Reflexe	7489 [R(int) = 0.0584]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	7489 / 0 / 344
Goodness-of-Fit an F ²	0.946
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0635, wR2 = 0.1485
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1685, wR2 = 0.1956
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1429 und -1102

3.11. Der Komplex *Diazonia*(18-krone-6)- tetraiodomercurat(II)

3.11.1. Synthese und Charakterisierung

$[(\text{Kryptand } 22)(\text{H}_2)][\text{HgI}_4]$ wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes HgI_2 , des Alkalimetalliodides LiI und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung wurden Lösungen des Komplexes $\text{Li}_2[\text{HgI}_4]$ ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle in Methanol umkristallisiert. Nach einigen Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.11-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.11-1 bis 3.11-4 zusammengefasst.

3.11.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der Raumgruppe Cc mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Entgegen den Ergebnissen anderer Ansätze, aber analog der Verbindung Diazonia - (15-Krone-5)-hexaiododimercurat(II) [3.15] wurde das Alkalimetallion nicht in die Verbindung eingebaut, sondern beide Stickstoffatome des Liganden protoniert, sowie ein Lösemittelmolekül in die Kristallstruktur eingebaut.

Die protonierte Form des Kryptanden 22 wurde bereits in einigen anderen Strukturen gefunden. Die Art der sich zwischen den Wasserstoffatomen des Stickstoffs und anderen Molekülen in der Elementarzelle ausbildenden Wasserstoffbrückenbindungen wirkt sich auf die Konformation des Kryptanden aus. Je geringer die Stärke dieser Brückenbindungen ist, desto eher gleichen Bindungslängen und -winkel denen des freien Liganden.

In der hier charakterisierten Verbindung weist der Ligand sogar wie keine Verzerrung von der Idealform auf, da nur geringe Wechselwirkungen mit dem Anion oder dem eingelagerten Methanolmolekül vorliegen. Die Bindungslängen zeigen im Rahmen der Fehlergrenzen nur geringe Schwankungen, die C-C Bindungsabstände liegen bei 149 ± 3 pm, die C-O Abstände bei 140 ± 3 pm und die C-N Abstände bei 149 ± 1 pm.

In der Verbindung 1,10-Diazonia-18-Krone-6 bis (tetrahydropentaborat) hexahydrat [57] sind vergleichbare Werte für den protonierten Liganden zu finden.

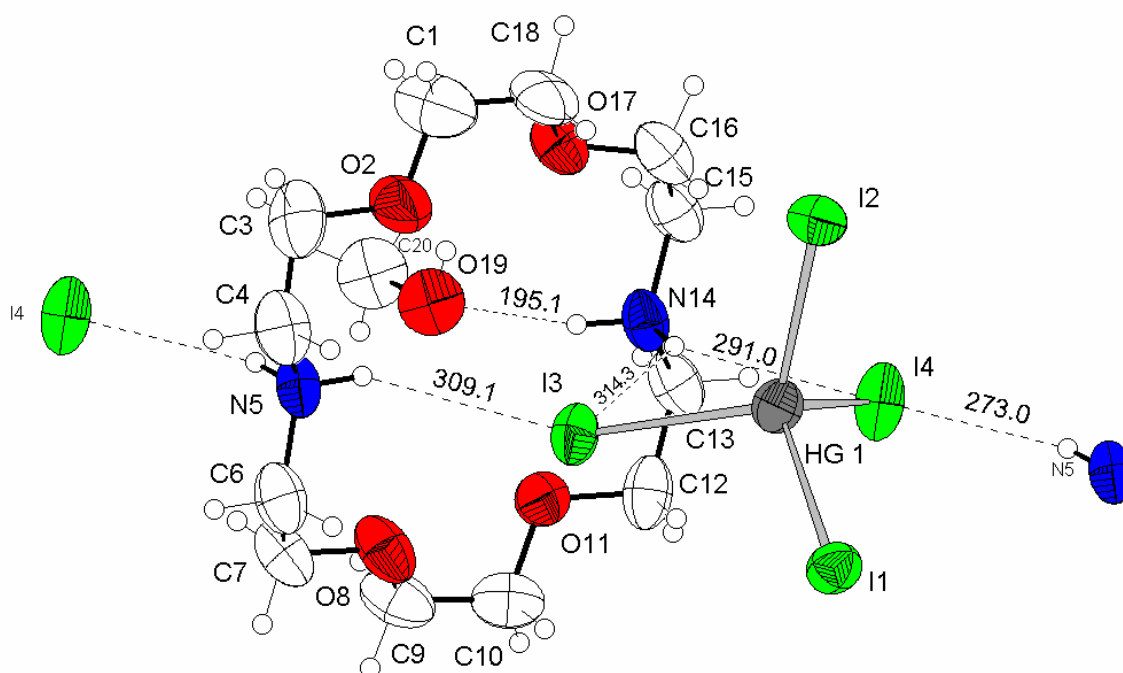


Abbildung 3.11-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[(\text{Kryptand } 22)(\text{H}_2)][\text{HgI}_4]$

Beide protonierten Stickstoffatome des Liganden bilden mehrere Wasserstoffbrückenbindungen aus. H(14A) bildet mit 195,1 pm eine Brücke zum eingelagerten Methanolmolekül, H(14B) mit 291,9 pm bzw. 314,3 pm, ebenso wie H(5B) mit 273,0 pm zu den Iodaten des Anions. Weitere Wasserstoffbrücken $[-CH \cdots I]$ beginnen ab einer Distanz von 322,2 pm.

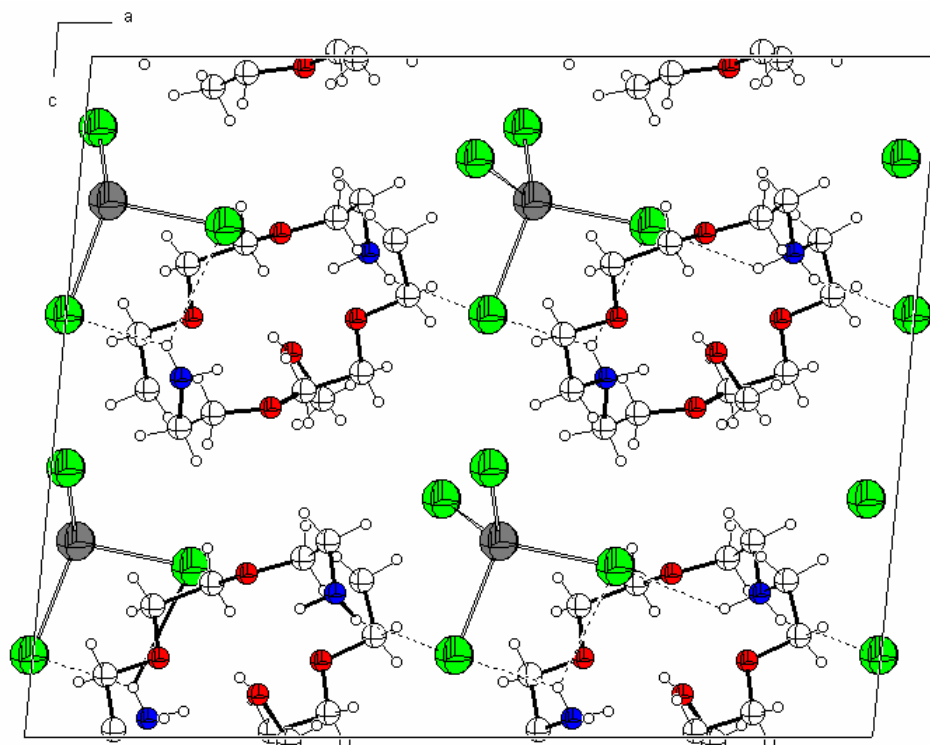


Abbildung 3.11-2 Elementarzelle von [(Kryptand 22)(H₂)] [HgI₄] in Richtung der b-Achse

Das Tetraiodomercurat(II) - Ion weist Hg-I Abstände auf, die zwischen 275 pm und 287 pm bei einer mittleren Bindungslänge von 279,1 pm liegen, sowie Bindungswinkel I-Hg-I zwischen 101° und 114°. Hier liegt erneut, wie in den meisten untersuchten Verbindungen, eine leichte Verzerrung der idealen Tetraederwinkel von 109,5° vor.

Tabelle 3.11-0 : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 22)(H₂)] [HgI₄]

Summenformel	Hg I ₄ C ₁₃ H ₃₂ N ₂ O ₅
Molmasse	1004.62
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	Cc
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1970.67(5) 848.37(3) 1583.21(5)
α, β, γ (°)	90 95.6780(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	2.63391(14)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.533
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	10.553
Kristallgröße	0.46 × 0.42 × 0.28
Messbereich (°)	4.16 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-25 ≤ h ≤ 22, -11 ≤ k ≤ 9 -20 ≤ l ≤ 11
Anzahl der gemessenen Reflexe	8117
Unabhängige Reflexe	4242 [R(int) = 0.0506]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	4242 / 2 / 219
Goodness-of-Fit an F ²	0.963
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0364, wR2 = 0.0792
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0479, wR2 = 0.0833
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1104 und -636

3.12. Der Komplex Diazo(18-krone-6)cadmiumisothiocyanat

3.12.1. Synthese und Charakterisierung

Die Verbindung [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂] wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes Cd(SCN)₂ und des Liganden Kryptand 22 in Methanol erhalten.

Zur Züchtung wurden Lösungen des Schwermetallsalzes ($c=0,01 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,01 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet. Die nach einigen Tagen erhaltenen gelblichen Kristalle wurden aus Methanol umkristallisiert. Nach einigen Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.12-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.12-1 bis 3.12-4 zusammengefasst.

3.12.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 8 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Das Zentralatom Cadmium ist pentagonal bipyramidal von den Heteroatomen des Liganden Kryptand 22 und zwei Isothiocyanatgruppen koordiniert. Diese Einheiten sind untereinander nur durch Wasserstoffbrücken mit Abständen $[-S \cdots H]$ ab 282 pm verbunden.

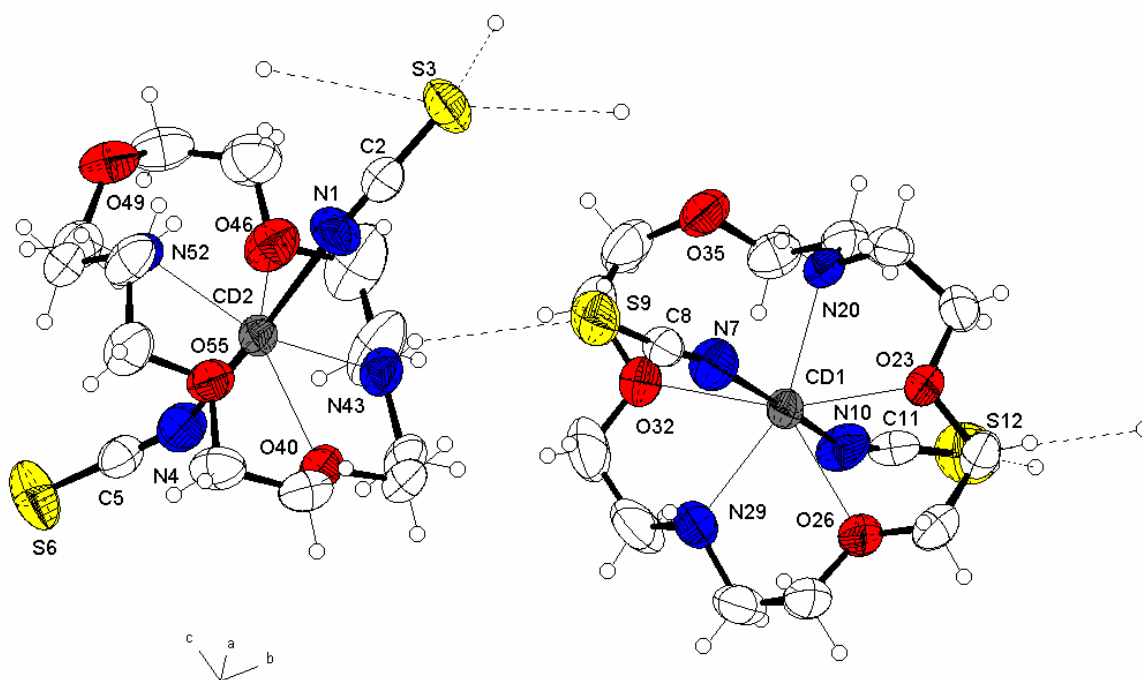


Abbildung 3.12-1 DIAMOND-Plot der Verbindung [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂]

Bindungsabstände innerhalb der Cadmiumisothiocyanateinheit liegen mit 237 ± 2 für die Cd-N-Bindungen, 114 ± 1 pm für die N-C-Bindungen und 161 ± 1 pm für die C-S-Bindungen in der Größenordnung charakterisierter Verbindungen.

Die Koordinationsabstände der Heteroatome des Liganden zum Cadmium schwanken durch eine Verzerrung der Bindungswinkel an den Sauerstoffatomen O35 bzw. O49 für die C-O-Bindungen stark zwischen 252 - 404 pm, die C-N-Bindungen dagegen weisen mit durchschnittlich 237 ± 1 pm nahezu identische Längen auf.

Betrachtet man die Sauerstoffatome O35 und O49, für die Cd-O-Entfernungen von (400 ± 4) pm gefunden wurden, getrennt, so ergeben sich für die restlichen Koordinationen Cd-O geringere Schwankungen mit durchschnittlichen Entfernungen von (260 ± 20) pm.

Man kann in diesem Fall nur noch bedingt von einer Koordination des Zentralatoms zu allen Heteroatomen des Liganden sprechen und die Struktur eher als verzerrt pentagonal ansehen.

Anders als in der bereits bekannten Verbindung Diazo-(18-Krone-6)-(thiocyanato)kalium [58] [59] in der Kalium als Zentralatom des Liganden fungiert und Ketten von einfach über SCN-Brücken verbundenen Kaliumatomen entlang der Kanten der Elementarzelle vorliegen, bildeten sich keine vergleichbaren Ketten mit doppelten SCN-Brücken.

Strukturen mit doppelten (vgl. 3.13) oder dreifachen Brücken (vgl. 3.8) sind bekannt, in diesen Fällen wird das Cadmium allerdings nur von den Thiocyanatanionen oktaedrisch koordiniert und ist dadurch nicht mehr in der Lage, als Zentralatom für den Kryptanden zu fungieren.

Unterschiede zeigen sich auch zur Verbindung Diazo(15-Krone-5)cadmiumisothiocyanat [60] in der zwar eine analoge Koordinationsumgebung für das Zentralatom vorliegt, die Einheiten [(Kryptand 21) $\text{Cd}(\text{NCS})_2$] aber linear in Ebenen in der Elementarzelle angeordnet sind, während sie in der hier untersuchten Struktur im rechten Winkel gegeneinander versetzt vorliegen.

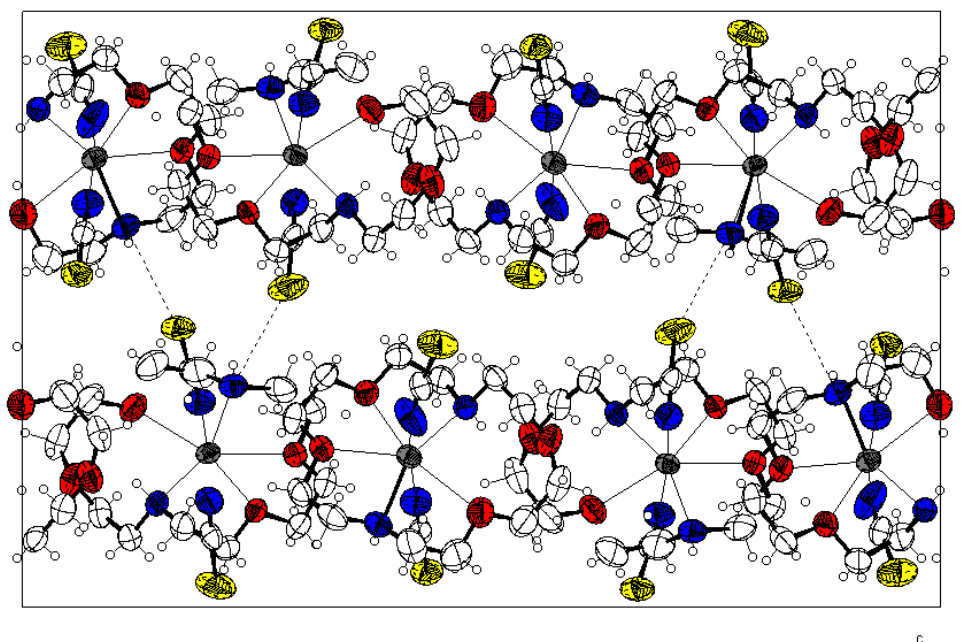


Abbildung 3.12-2 Elementarzelle der Verbindung [(Kryptand 22) $\text{Cd}(\text{NCS})_2$]

Tabelle 3.12-0 : : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂]

Summenformel	C ₁₄ H ₂₆ Cd N ₄ O ₄ S ₂
Molmasse	490.91
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	924.91(2) 1704.55(3) 2631.96(6)
α,β,γ (°)	90 92.2950(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	4.14610(15)
Formeleinheiten pro Zelle	8
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.573
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	1.279
Kristallgröße	nicht vermessen
Messbereich (°)	$2.84 \leq 2\theta \leq 46.56$
Indexbereich	$-10 \leq h \leq 10$ $-18 \leq k \leq 18$ $-19 \leq l \leq 29$
Anzahl der gemessenen Reflexe	21096
Unabhängige Reflexe	5953 [R(int) = 0.0644]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	5953 / 0 / 607
Goodness-of-Fit an F ²	1.192
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0350, wR2 = 0.0735
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0506, wR2 = 0.0809
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	587 und -633

3.13. Der Komplex *Diazonia*(18-Krone-6)-*bi*(*mu*-thiocyanato)-cadmium(II)

3.13.1. Synthese und Charakterisierung

Die Verbindung [(Kryptand 22) H_2][Cd(SCN) $_4$] wurde durch die Diffusion einer Lösung der Schwermetallsalze und des Liganden erhalten. Es wurden dafür je 2 ml einer methanolischen Lösung von Cd(SCN) $_2$ ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und KSCN ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 4 ml der methanolischen Lösung des Kryptand 22 ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet.

Nach dem Umkristallisieren aus Methanol bildeten sich nach einigen Wochen glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.13-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.13-1 bis 3.13-4 zusammengefasst.

3.13.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $Ima2$ (No.46) mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Neben einer polymeren Kette der Zusammensetzung $[Cd(SCN)_4]^{2-}$ entlang der kristallographischen c-Achse findet sich analog zu **3.11** die zweifach protonierte Form des Liganden Kryptand **22**.

Die in der Kettenstruktur auftretenden doppelten SCN-Brücken sind aus anderen Verbindungen des Cadmiums [61] oder auch Quecksilbers [62] bekannt, dreifache SCN-Brücken finden sich in **3.8**.

In der polymeren Kette ist das Cadmiumatom verzerrt oktaedrisch von Thiocyanatgruppen koordiniert. Je zwei der verbrückenden Thiocyanatgruppen sind S-, zwei weitere N-koordiniert. Die C-Atome der Thiocyanatgruppe verknüpfen somit zwei Kanten dieser Koordinationspolyeder. Senkrecht zu dieser Kettenstruktur finden sich zwei N-koordinierte Thiocyanatgruppen, deren Schwefelatome (S2) vergleichsweise kurze Wasserstoffbrücken einer Länge von 248 ± 1 pm zu den Wasserstoffen (H11B, H12A) der protonieren Stickstoffatome des Liganden ausbilden. Das Schwefelatom liegt 245 pm unter der durch die Heteroatome des Liganden aufgespannten Ebene im Zentrum des Liganden.

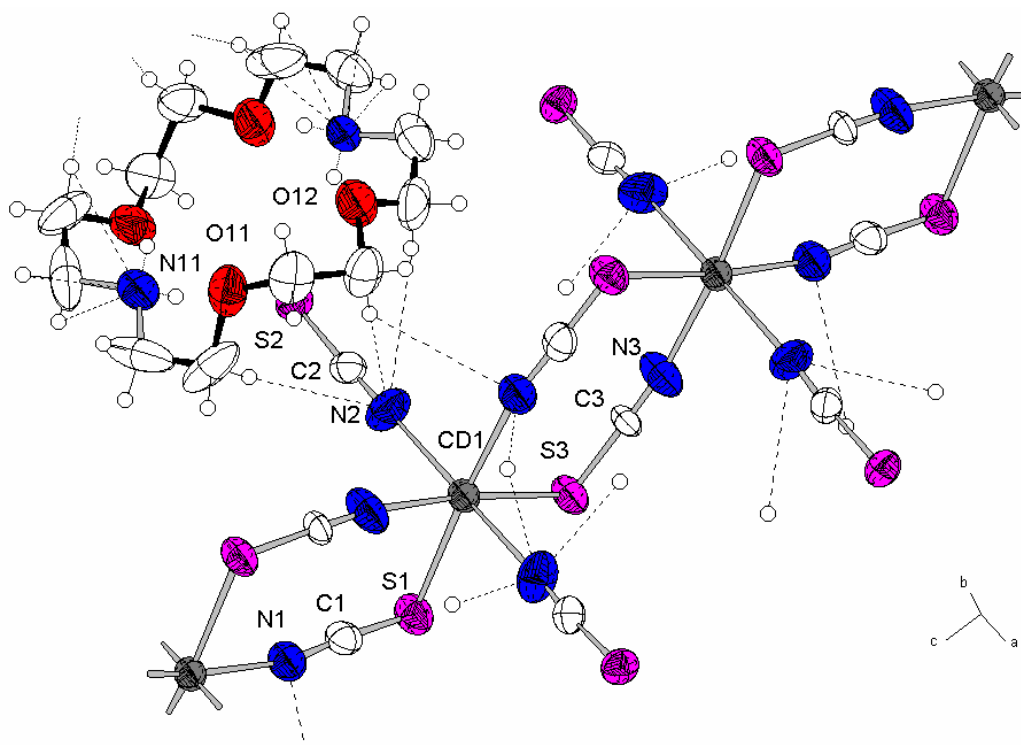


Abbildung 3.13-1 DIAMOND-Plot der Verbindung [(Kryptand 22)H₂][Cd(SCN)₄]

Die Stärke der Wasserstoffbrücken ist allerdings nicht ausreichend, um eine Verzerrung des Liganden zu erzwingen, wie es aus anderen Strukturen [63] [64] bekannt ist. In diesen Fällen treten Brückenbindungen zu Sauerstoffatomen mit delokalisierten Elektronen auf, die erwartungsgemäß kürzere Bindungsabstände von 176-200 pm aufweisen. Das Resultat dieser stärkeren Bindungen ist in allen Verbindungen ein "Zusammenschnüren" des Liganden, durch eine Verkürzung der Abstände gegenüberliegender Stickstoffatome.

Die Cd-S-Bindungslängen liegen mit $273 \pm 1,4$ pm geringfügig unter denen im Edukt $\text{Cd}(\text{SCN})_2$ [65] von durchschnittlich 276 pm, die Cd-N-Bindungsabstände mit 232 ± 4 pm über denen des Edukts von durchschnittlich 224 pm.

Innerhalb des Thiocyanat-Ions stimmen unter Berücksichtigung der stärkeren Schwankungen die Durchschnittslängen für N-C-Bindungen mit 115 ± 8 pm und C-S-Bindungen mit 164 ± 9 pm recht exakt mit denen des Edukts und analogen ionischen Verbindungen überein (vgl. 3.8).

Weitere Wasserstoffbrücken zwischen den Thiocyanatgruppen und dem Liganden beginnen bei Abständen von 299 pm für $[\text{C}-\text{H} \cdots \text{N}]$ Bindungen und 247 pm für $[\text{C}-\text{H} \cdots \text{S}]$ Bindungen.

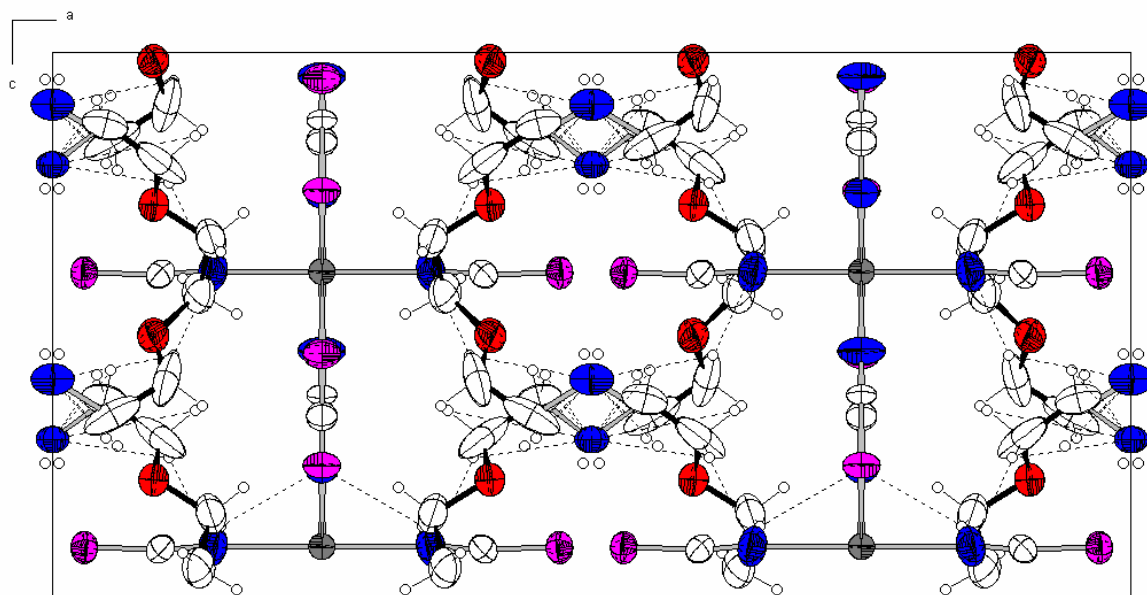


Abbildung 3.13-2 Elementarzelle der Verbindung $[(\text{Kryptand } 22)\text{H}_2][\text{Cd}(\text{SCN})_4]$

Tabelle 3.13-0 :

Kristallstrukturdaten für Diazonia(18-Krone-6)-bi(μ -thiocyanato)-cadmium(II)

Summenformel	Cd S ₄ C ₁₆ N ₈ H ₂₈ O ₄
Molmasse	2436.44
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	<i>I</i> m a 2 (Nr. 46)
Zelldimensionen	2317.23(4)
a,b,c (pm)	957.91(1)
	1178.36(2)
α, β, γ (°)	90
	90
	90
Zellvolumen (nm ³)	2.615.60(7)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.547 g/cm ³
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	1,19
Kristallgröße	
Messbereich (°)	$0 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-30 < h < 29$
	$-12 < k < 8$
	$-15 < l < 15$
Anzahl der gemessenen Reflexe	9710
Unabhängige Reflexe	3067 [R(int) = 0.0824]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	3067/1/152
Goodness-of-Fit an F ²	1,077
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0,0393, wR2 = 0,1363
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0,0491, wR2 =
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1760 und -470

3.14. Der Komplex *Di(kryptand22)lithium*-hexaiododimercurat(II)

3.14.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6] \cdot 1 \text{ H}_2\text{O}$ wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes HgI_2 , des Alkalimetalliodides LiI und des Liganden in Methanol erhalten.

Zur Züchtung wurden Lösungen des Komplexes $\text{Li}_2[\text{HgI}_4]$ ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle aus Methanol umkristallisiert.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.14-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.14-1 bis 3.14-4 zusammengefasst.

3.14.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus dem aus verschiedenen Strukturen bekannten Hexaiodomercurat-Anion und dem komplexen Kation $\text{Li}(\text{Kryptand } 22)^+$.

Auf Grund des nicht idealen Kristallwachstums konnten einerseits die Zentralatome des Liganden nicht anisotrop verfeinert werden, außerdem konnten aus den Unterschied der Temperaturfaktoren nicht eindeutig zwischen Sauerstoff- und Stickstoffatomen des Liganden unterschieden werden, so dass der Ligand lediglich als 18-Krone-6 verfeinert und diskutiert wurde. Auf die weiteren Bindungslängen und -winkel der Struktur hat dies aber nur geringen Einfluss.

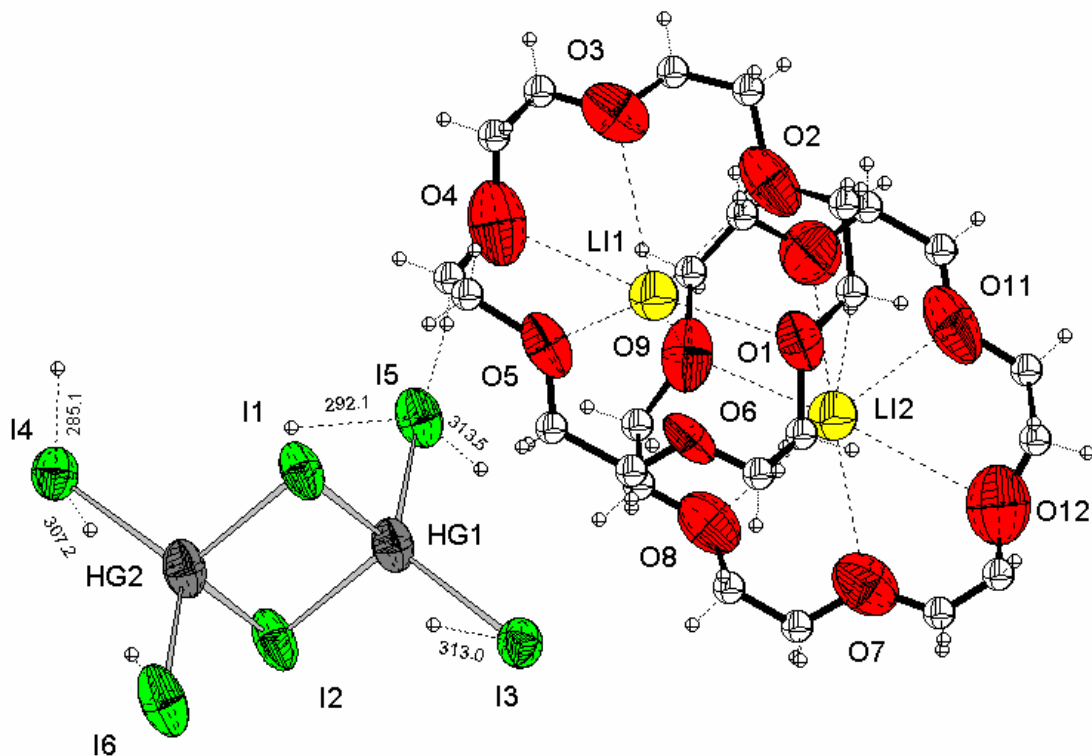


Abbildung 3.14 -1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Das Hexaiodomercurat-Ion zeigt Bindungslängen und -winkel, die Unterschiede zu den bereits untersuchten Verbindungen aufweisen. Während die verbrückenden Hg-I-Bindungen mit (285 ± 4) pm noch im Bereich der Erwartungen liegen, sind die terminalen Hg-I-Bindungen, die üblicherweise geringere Längen um durchschnittlich 270 pm aufweisen, hier mit 293 ± 10 pm deutlich gestreckt.

Eine solche Streckung kann durch eine Schwächung dieser Bindungen entstehen, die durch eine weitere Koordination der terminalen Iodatome ausgelöst wird. In diesem Fall ist allerdings auch die relativ schlechte Kristallqualität zu berücksichtigen, da außer einer Vielzahl von $[I\cdots H]$ -Wasserstoffbrückenbindungen ab 285 pm keine weiteren Koordinationen vorliegen.

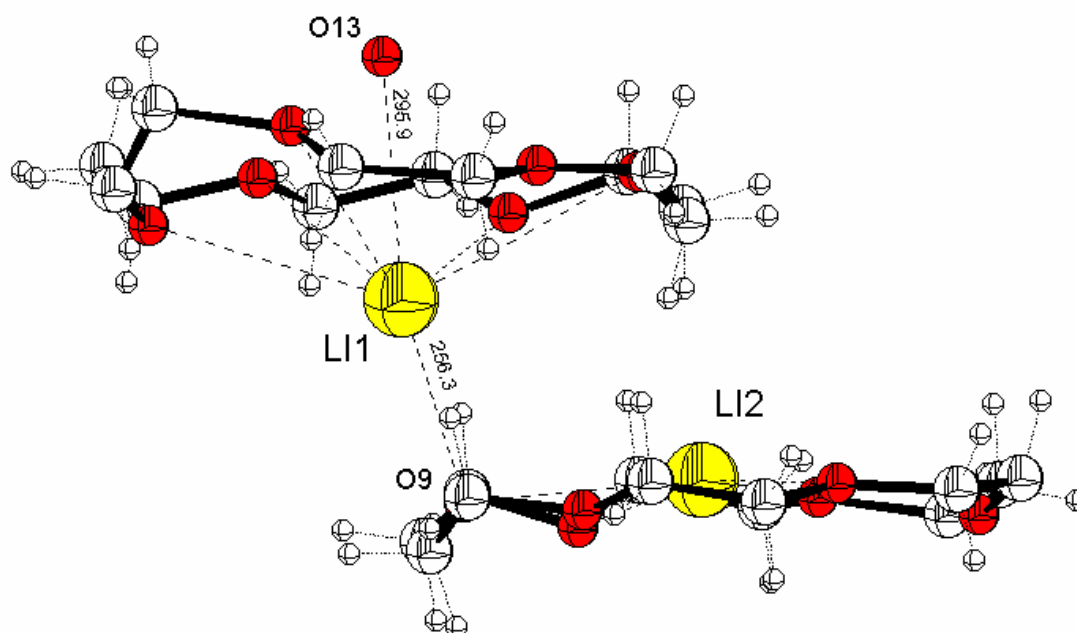


Abbildung 3.14-2 Verknüpfung der komplexen Kationen in $[Li(Kryptand\ 22)]_2[Hg_2I_6]$

Im komplexen Kation ist das Zentralatom Li1 achtfach koordiniert. Sechs Koordinationen erfolgen zu den Heteroatomen des Liganden mit Li-O Bindungsabständen von durchschnittlich (329 ± 32) pm, eine Koordination zu einem Heteroatom des benachbarten Liganden mit einem Abstand von (256 ± 2) pm und eine weitere Koordination zu einem in die Struktur eingebauten Wassermolekül (Li-O Abstand 295 pm).

Das Zentralatom Li2 ist sechsfach von den Heteroatomen des Liganden mit Li-O Bindungsabständen von (310 ± 29) pm koordiniert, die Koordination zum benachbarten Liganden Li2-O1 ist mit 380 pm deutlich länger.

Beide komplexen $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)]^+$ Kationen sind über die Koordination Li1-O9 miteinander verknüpft.

Während das Zentralkation Li2 fast genau in der durch die Heteroatome O7-O12 aufgespannte Ebene des Liganden liegt, befindet sich Li1 bedingt durch die zusätzliche Koordination zu Sauerstoffatom O9 des benachbarten Liganden unterhalb seiner Ligandenebene.

Die zusätzlichen Koordinationen könnten sich schwächend auf die Li1-O Bindungen auswirken, da die Bindungslängen im Vergleich zum durchschnittlichen Li2-O Abstand um rund 20 pm verlängert sind und der Ligand stärker von seiner Idealform deformiert ist.

Vergleichbare Kristallisationsversuche wurden mit $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ und dem Liganden 18-Krone-6 von Drew, Lee und Mok [66] durchgeführt, die den ebenfalls in der Raumgruppe $P2_1/c$ kristallisierenden Komplex $\text{K}[\text{18-Krone-6}]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ charakterisieren konnten. Beide Strukturen zeigen starke Übereinstimmungen, die verwendeten Alkalimetalle Lithium und Kalium und die Kronenether Diaza-18-Krone-6 und 18-Krone-6 scheinen vergleichbare Einflüsse auszuüben. In der Verbindung $[\text{K}(\text{benzo-18-Krone-6})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ wurde ebenfalls ein vergleichbares dimeres Kation gefunden [67].

Es war leider nicht möglich, von der diskutierten Verbindung bessere Einkristalle zu erhalten um zu überprüfen, ob auch hier ein dimeres Kation der Form $[\text{Li}_2(\text{Kryptand}22)_2]^{2+}$ vorliegt, das nur auf Grund des nicht idealen Kristallwachstums verzerrt wurde. Eine Kettenstruktur über Li-I-Koordinationen, wie sie in den beiden genannten Verbindungen vorliegt, ist nicht zu erkennen.

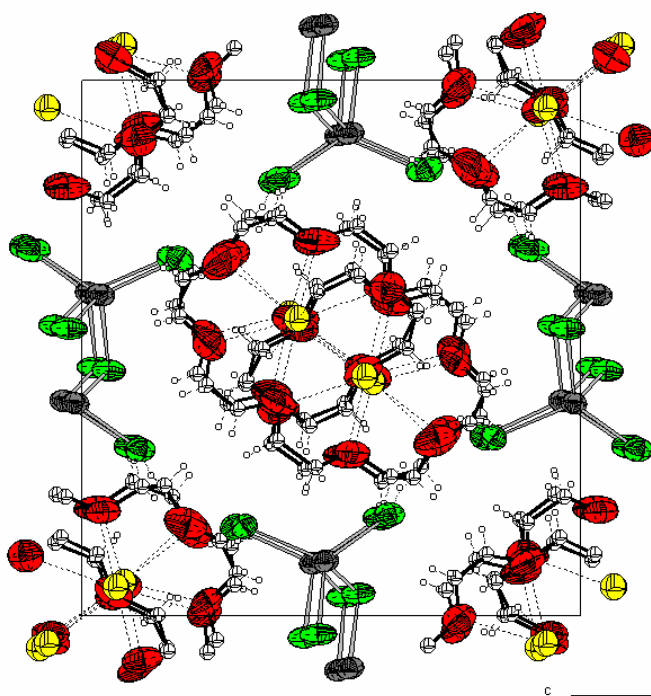


Abbildung 3.14-3 Elementarzelle der Verbindung $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Tabelle 3.14-0 : Kristallstrukturdaten für [Li(Kryptand 22)₂][Hg₂I₆]

Summenformel	C ₂₄ H ₄₈ Hg ₂ I ₆ Li ₂ N ₄ O ₁₃
Molmasse	1777.12
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c (Nr.14)
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1548.0(3) 1849.0(4) 1731.0(4)
α,β,γ (°)	90 95.68(3) 90
Zellvolumen (nm ³)	4.9302(17)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.394
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	10.027
Kristallgröße	0,44 × 0,30 × 0,42
Messbereich (°)	2.64 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-19 < h < 20 -24 < k < 14 -22 < l < 22
Anzahl der gemessenen Reflexe	35065
Unabhängige Reflexe	11120 [R(int) = 0.1146]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	11120 / 0 / 424
Goodness-of-Fit an F ²	0.989
Endgültige R-Werte [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0836, wR2 = 0.1865
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.2357, wR2 = 0.2543
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2353 und -2139

3.15. Der Komplex *Diazonia*(15-krone-5)-hexaiododimercurat(II)

3.15.1. Synthese und Charakterisierung

$[(\text{Kryptand } 21)(\text{H}_2)][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes HgI_2 , des Alkalimetalliodides CsI und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung wurden Lösungen des Komplexes $\text{Cs}_2[\text{HgI}_4]$ der Konzentration ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle in Methanol umkristallisiert. Nach einigen Wochen bildeten sich glänzende, durchsichtige, gelbe Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.15-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.15-1 bis 3.15-4 zusammengefasst.

3.15.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung $[(\text{Kryptand } 21)(\text{H}_2)][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ kristallisiert in der zentrosymmetrischen Raumgruppe $P\bar{1}$ mit zwei Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Entgegen der Erwartung durch ähnliche Ansätze besteht die Struktur aus den diskreten Ionen $[\text{Hg}_2\text{I}_6]^{2-}$, die aus verschiedenen Veröffentlichungen (vgl. **3.5**, **3.9**) bekannt sind, und der zweifach protonierten Form des Liganden $[\text{Kryptand } 21)(\text{H}_2)]^{2+}$. Eine Komplexierung des Alkalimetallions wie in der Mehrzahl der in dieser Arbeit untersuchten Strukturen erfolgte nicht. Es bildete sich dagegen eine zu der Verbindung Diazonia(18-Krone-6)-tetraiodomercurat(II) [**3.11**] analoge Struktur.

Das Anion Hexaiodomercurat(II), das sich in Gegenwart großer Kationen bildet [68], tritt hier isoliert auf.

Wie zu erwarten ist, sind die terminalen Hg-I Bindungen mit 270 ± 2 pm kürzer als die verbrückenden, die zwischen 288 und 297 pm liegen. Die Bindungslängen sind damit vergleichbar mit denen der Hexaiodomercurat(II)-Ionen anderer Verbindungen. Die Bindungswinkel um die Schweratome Hg1, Hg2 weichen vom idealen Tetraederwinkel ab, so dass sich über die verbrückenden Iodatome I3 und I5 eine annähernd quadratische Struktur ausbildet (Winkel $90 \pm 3^\circ$) und die Winkel zu den terminalen Iodatomen aufgeweitet werden (109 – 119°).

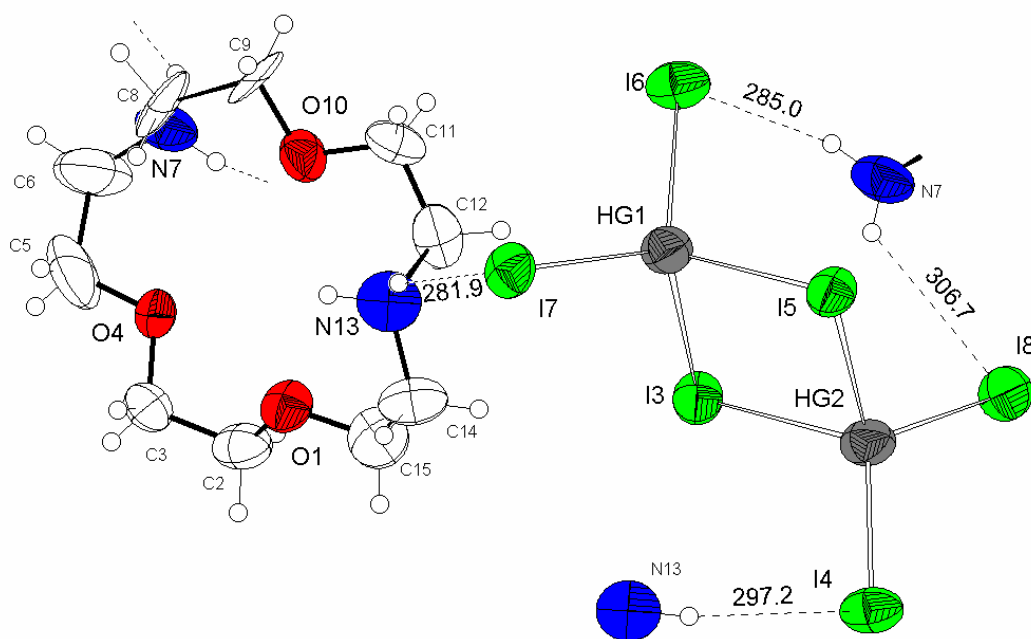


Abbildung 3.15-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[(\text{Kryptand } 21)(\text{H}_2)][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Innerhalb des Liganden Kryptand 21 erfolgte eine Protonierung beider Stickstoffatome. Die Bindungsabstände im Liganden liegen für C-C Bindungen bei 152 ± 5 pm, für C-N Bindungen bei 148 ± 5 pm und C-O Bindungen bei 139 ± 5 pm, was unter Berücksichtigung einer leichten Verzerrung des Ringes den Erwartungen entspricht.

Ähnlich wie in **3.10** bilden sich auch in dieser Struktur schwache Wasserstoffbrücken der Form $[\text{N-H} \cdots \text{I}]$, beginnend bei Abständen von 281,9 pm zwischen dem protonierten Liganden und dem Anion, aus. Beide Stickstoffatome sind an diesen Brücken beteiligt, die terminalen Iodatome eines Quecksilberatom des Anions werden zu unterschiedlichen Liganden verbrückt, so dass die Ionen jeweils zweier asymmetrischer Einheiten Wechselwirkungen zu einander aufweisen.

Der Ligand erfährt dadurch eine Streckung, die zu einem Abstand zwischen den Stickstoffatomen N7 und N13 von 520 pm führt. Ohne Wechselwirkungen wäre hier ein um ca. 100 pm kürzerer Abstand zu erwarten.

Die vergleichbare Verbindung Diaza-15-Krone-5-dipicrinsäureclathrat [69] zeigt ebenfalls eine Verformung des Liganden. Der Ring wird in diesem Fall durch die Ausbildung von stärkeren Wasserstoffbrückenbindung $[-\text{O} \cdots 2(\text{H-N})]$, von einem Sauerstoffatom zu beiden gegenüberliegenden am Stickstoff gebundenen Wasserstoffatomen, mit einer Länge von ca. 200 pm, "eingeschnürt" und dadurch Abstand der gegenüberliegenden Stickstoffatome auf 365 pm verkürzt.

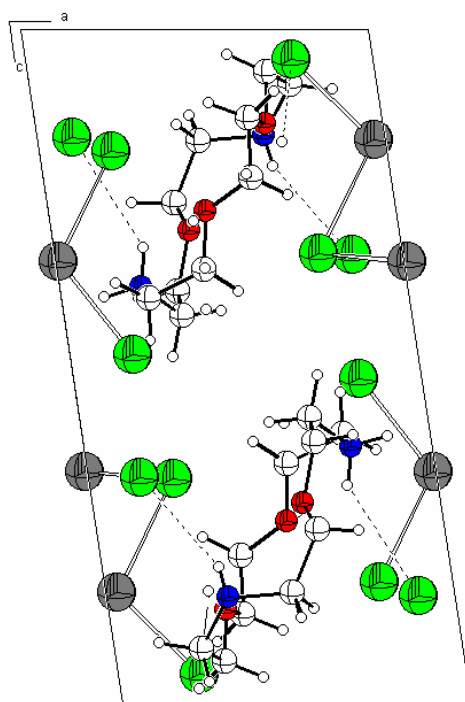


Abbildung 3.15-2 Elementarzelle der Verbindung $[(\text{Kryptand } 21)(\text{H}_2)][\text{Hg}_2\text{I}_6]$
in Richtung der b-Achse

Tabelle 3.15-0 : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 21)(H₂)] [Hg₂I₆]

Summenformel	Hg ₂ I ₆ C ₁₀ H ₂₂ N ₂ O ₃
Molmasse	822.34
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	triklin
Raumgruppe	P $\bar{1}$
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	825.52(2) 1128.01(2) 1632.59(4)
α,β,γ (°)	71.6830(10) 76.9670(10) 73.7300(10)
Zellvolumen (nm ³)	1.36958(5)
Formeleinheiten pro Zelle	2
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	3.988
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	20.591
Kristallgröße	0.56×0.32×0.28
Messbereich (°)	$2.66 \leq 2\theta \leq 61.04$
Indexbereich	$-11 \leq h \leq 10$, $-16 \leq k \leq 16$ $-23 \leq l \leq 20$
Anzahl der gemessenen Reflexe	12685
Unabhängige Reflexe	8127 [R(int) = 0.0562]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	8127 / 0 / 208
Goodness-of-Fit an F ²	0.974
Endgültige R-Werte [I>2sigma(I)]	R1 = 0.0938, wR2 = 0.2488
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1734, wR2 = 0.3065
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2245 und -7711

3.16. Der Komplex [Iodo(diaza-15-krone-5)cadmium(II)]-iodid

3.16.1. Synthese und Charakterisierung

[(Kryptand 21)[CdI₂]] wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes CdI₂ und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung wurden Lösungen des Schwermetallsalzes ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle in Methanol umkristallisiert.

Nach einigen Tagen bildeten sich glänzende, durchsichtige, zartgelbe Kristalle.

Auf Grund einer Fehlordnung wurden die Positionen zweier Kohlenstoffatome des Liganden aufgespalten und die Splitatome getrennt verfeinert (C51, C52 und C61, C62) .

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.16-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.16-1 bis 3.16-4 zusammengefasst.

3.16.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $P2_1/a$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Es finden sich wie in Verbindung **3.17** isolierte Einheiten des komplexen Kations [(Kryptand 21)[CdI]⁺, die eine analoge Struktur zum Kation [(Kryptand 21)[HgBr]⁺ der Verbindung **3.18** aufweisen, hier allerdings nur Iodidionen als anionisches Gegenstück haben.

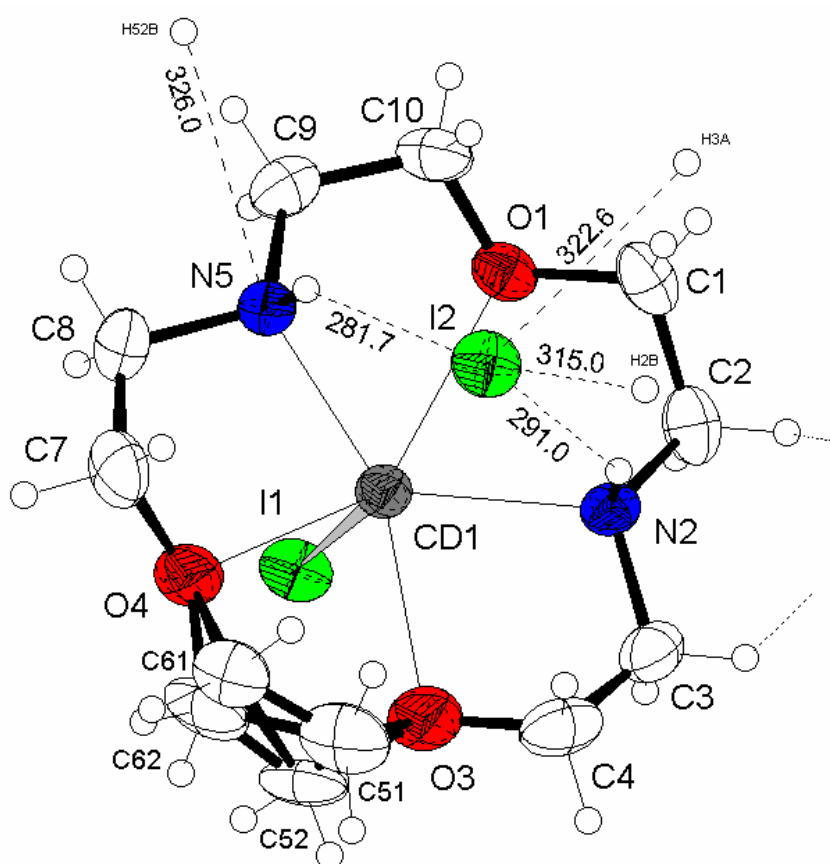


Abbildung 3.16-1 DIAMOND-Plot der Verbindung [(Kryptand 21)[CdI₂]

Die Bindungsabstände der Heteroatome des Liganden liegen bedingt durch die größere Affinität des Cadmium zum Stickstoff für die Cd-N Bindungen bei 228 ± 1 pm, die Bindungen zum Sauerstoff sind mit 245 pm (Cd-O4), 248 pm (Cd-O3) und 254 pm (Cd-O1) etwas länger. Der erhöhte Bindungsabstand zwischen Cd und O1 kann sich durch die Nachbarschaft zweier Stickstoffatome erklären, während O3 und O4 nur Nachbarschaft zu einem Stickstoffatom haben. Zusammen mit der Bindung zum Iodatome (I1), dessen Abstand mit

273 pm im erwarteten Bereich liegt, ist Cadmium sechsfach als pentagonale Pyramide koordiniert.

Das nichtkoordinierte Iodidion (I2) hat einen Abstand von 403 pm zum Zentralatom und weist mehrere Wasserstoffbrückenbindungen der Art [N-H ... I] auf, die einerseits zu beiden Stickstoffatomen des Liganden mit 282 pm bzw. 291 pm Abstand reichen, aber auch eine längere Wechselwirkung von 315 pm zur nächsten asymmetrischen Einheit ausbilden.

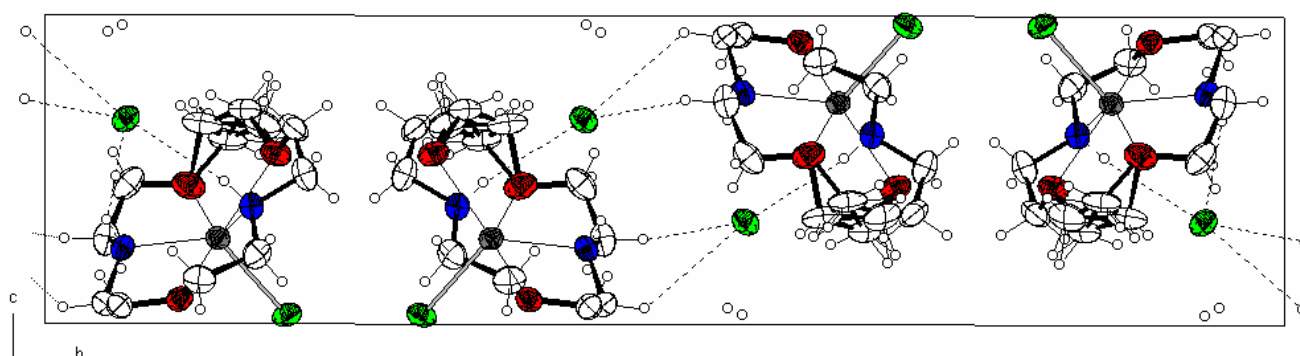


Abbildung 3.16-2 Elementarzelle von [(Kryptand 21)[CdI₂]] in Richtung der a-Achse

Tabelle 3.16-0 : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 21)[CdI₂]

Summenformel	Cd I ₂ C ₁₀ H ₂₀ N ₂ O ₃
Molmasse	582.48
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /a
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	789.550(10) 2935.27(3) 793.690(10)
α, β, γ (°)	90 113.1130(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	1.69176(3)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.287
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	4.943
Kristallgröße	0,45 × 0,60 × 0,40
Messbereich (°)	$2.78 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-10 \leq h \leq 10$ $-33 \leq k \leq 38$ $-10 \leq l \leq 10$
Anzahl der gemessenen Reflexe	12960
Unabhängige Reflexe	3901 [R(int) = 0.0360]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	3901 / 0 / 182
Goodness-of-Fit an F ²	1.415
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0536, wR2 = 0.1777
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0586, wR2 = 0.1809
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	914 und -2443

3.17. Der Komplex Bis[iodo(diaza-15-krone-5)cadmium-tetraiodocadmat(II)]

3.17.1. Synthese und Charakterisierung

$[\text{Cd}(\text{Kryptand } 21)\text{I}]_2 [\text{CdI}_4]$ wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes CdI_2 und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung wurden Lösungen des Schwermetallsalzes ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) mit der Lösung des Liganden ($c=0,001 \text{ mol l}^{-1}$) überschichtet und die erhaltenen Kristalle in Methanol umkristallisiert.

Nach einigen Wochen bildeten sich farblose, durchsichtige Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.17-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.17-1 bis 3.17-4 zusammengefasst.

3.17.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $Pmnb$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Es finden sich wie in Verbindung **3.16** isolierte Einheiten des komplexen Kations [(Kryptand 21)[CdI]⁺, die eine analoge Struktur zum Kation [(Kryptand 21)[HgBr]⁺ der Verbindung **3.18** aufweisen. Als Gegenion tritt das Tetraiodocadmat(II)-Ion auf.

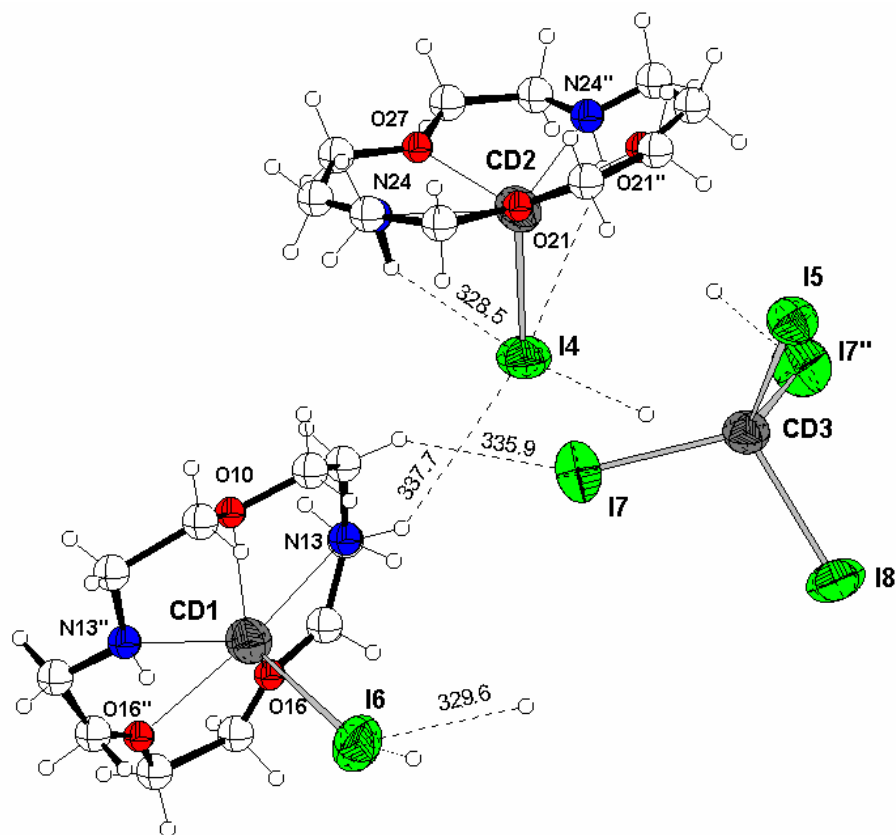


Abbildung 3.17-1 DIAMOND-Plot der Verbindung [Cd(Kryptand 21)I]₂ [CdI₄]

(Liganden ohne thermische Elipsoide)

Im Anion [CdI₄]²⁻ ist der Winkel I(7)-Cd(3)-I(7)# mit 119° gegenüber dem idealen Tetraederwinkel aufgeweitet, während die anderen Winkel in annähernd gleicher Größe von 106°-109° leicht gestaucht sind.

Die Bindungsabstände Cd-I sind im Tetraiodocadmat(II)-ion mit 276-281 pm geringfügig größer als im komplexen Kation mit 271 bzw. 272 pm, dessen Cd-I Abstand somit dem der Verbindung **3.16** entspricht.

Anders als in **3.16**, in der sich das selbe Kation durch die sechsfache pentagonal-pyramidale Koordination des Zentralatoms Cadmium durch den Kryptanden und Iod bildete, ist in dieser Struktur der Cd-N Abstand in beiden Liganden mit 247 bzw. 253 pm erkennbar höher als der Cd-O Abstand der im Mittel bei 240 pm (mit nur einer stärkeren Abweichung) liegt.

Zwischen den komplexen Kationen sowie zwischen diesen und dem Anion finden sich einige Wasserstoff-brückenbindungen längerer Reichweite beginnend ab 328,5 pm für eine [-NH ...I] Brücke innerhalb des um das Zentralatom Cd(2) gebildeten Kations, die sich in dem Kation um Cd(1) bei ähnlichen Abständen nicht findet. Zwischen den Kationen beginnen Wasserstoffbrücken ab einer Distanz von 337,7 pm, zwischen Anion und Kation ab 335,9 pm.

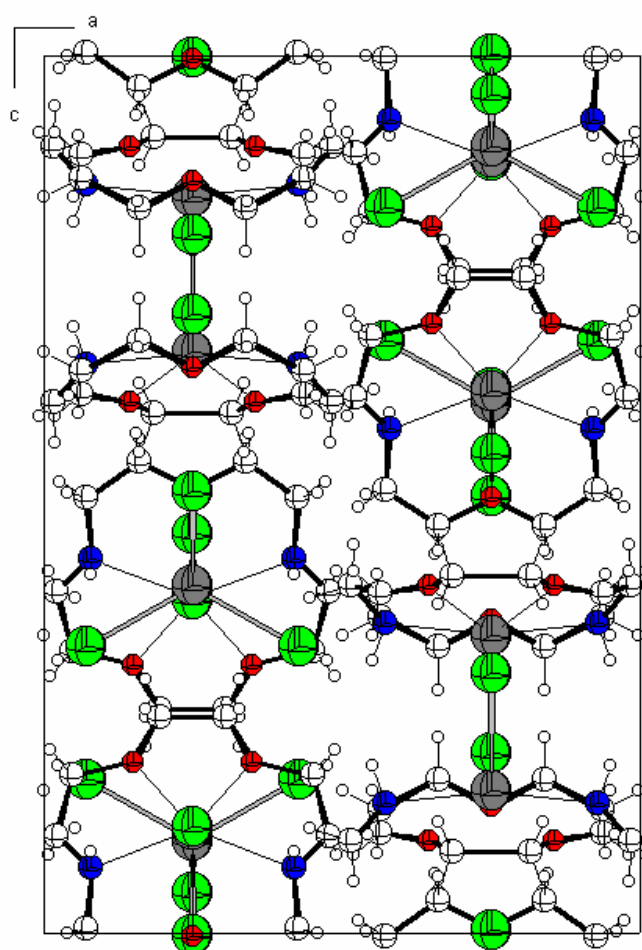


Abbildung 3.17-2 Elementarzelle von $[\text{Cd}(\text{Kryptand } 21)\text{I}]_2 [\text{CdI}_4]$
in Richtung der b-Achse

Tabelle 3.17-0 : Kristallstrukturdaten für [Cd(Kryptand 21)I]₂ [CdI₄]

Summenformel	Cd ₃ I ₆ C ₂₀ H ₄₄ N ₄ O ₆
Molmasse	767.60
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	Pmnb
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1328.69(2) 1558.040(10) 1948.96(2)
α, β, γ (°)	90 90 90
Zellvolumen (nm ³)	4.03464(8)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.527
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	6.19
Kristallgröße	0.52 × 0.32 × 0.25
Messbereich (°)	$3.34 \leq 2\theta \leq 55.00$
Indexbereich	$-17 \leq h \leq 17$ $-14 \leq k \leq 20$ $-24 \leq l \leq 25$
Anzahl der gemessenen Reflexe	29479
Unabhängige Reflexe	4839 [R(int) = 0.0482]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	4839 / 0 / 191
Goodness-of-Fit an F ²	1.072
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0509, wR2 = 0.1093
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0740, wR2 = 0.1229
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1562 und -1878

3.18. Der Komplex *Bis[bromo(diaza-15-krone-5)quecksilbertetrabromomercurat(II)]*

3.18.1. Synthese und Charakterisierung

[Hg(Kryptand 21)Br]₂ [HgBr₄] wurde durch Umsetzung des Schwermetallsalzes HgBr₂ und des Liganden in Methanol erhalten. Zur Züchtung wurden Lösungen des Schwermetallsalzes (c=0,001 mol l⁻¹) mit der Lösung des Liganden (c=0,001 mol l⁻¹) überschichtet und die erhaltenen Kristalle aus Methanol umkristallisiert.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.18-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.18-1 bis 3.18-4 zusammengefasst.

3.18.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der orthorhombischen Raumgruppe $P2_1/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Es finden sich analog zu den komplexen Kationen $[(\text{Kryptand } 21)[\text{CdI}]^+$ der Verbindungen **3.16** und **3.17** isolierte Einheiten des komplexen Kations $[(\text{Kryptand } 21)[\text{HgBr}]^+$, Tetrabromomercurat(II)ion tritt als Gegenion auf.

Im Anion HgBr_4 ist der Winkel Br4-Hg3-Br5 mit 117° gegenüber dem idealen Tetraederwinkel aufgeweitet, die Winkel Br1-Hg3-Br5 mit 98° und Br1-Hg3-Br4 mit 106° dagegen gestaucht, während die anderen Winkel in annähernd gleicher Größe um 110° nah am idealen Tetraederwinkel von $109,5^\circ$ liegen.

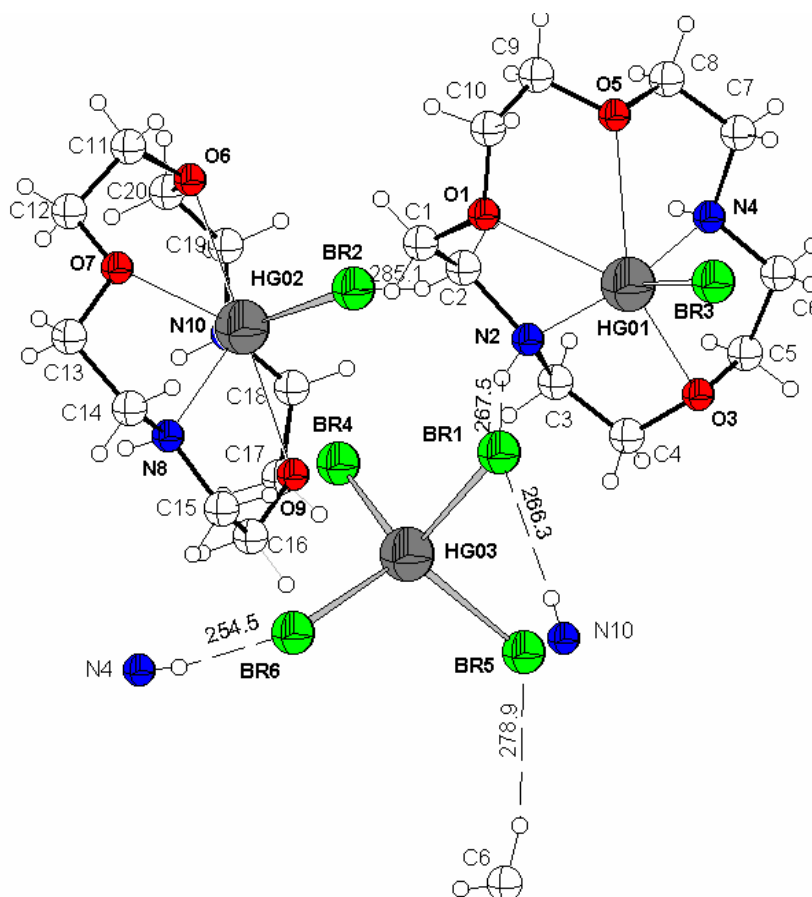


Abbildung 3.18-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[\text{Hg}(\text{Kryptand } 21)\text{Br}]_2 [\text{HgBr}_4]$

Die Bindungsabstände Hg-Br sind im Tetrabromomercurat(II)ion mit 254 - 276 pm erwartungsgemäß geringfügig größer als im komplexen Kation mit 244 bzw. 246 pm. Im Kation wird das Zentralatom Quecksilber durch die 5 Heteroatome des Liganden und ein

Bromatom sechsfach koordiniert, so dass sich als Koordinationspolyeder eine pentagonale Pyramide bildet.

Die Bindungsabstände Hg-N sind hier in beiden Liganden mit 222 pm und 230 pm zu Hg(2) bzw. 219 und 242 pm zu Hg(1) deutlich geringer als die Hg-O Abstände mit 268 ± 4 pm zu Hg(1) und 262 ± 2 pm zu Hg(2). Die Bindungslängen innerhalb des Liganden gleichen denen des freien Liganden mit Abständen für C-C Bindungen von 145-153 pm, für C-O Bindungen von 136-145 pm und C-N Bindungen von 146-156 pm.

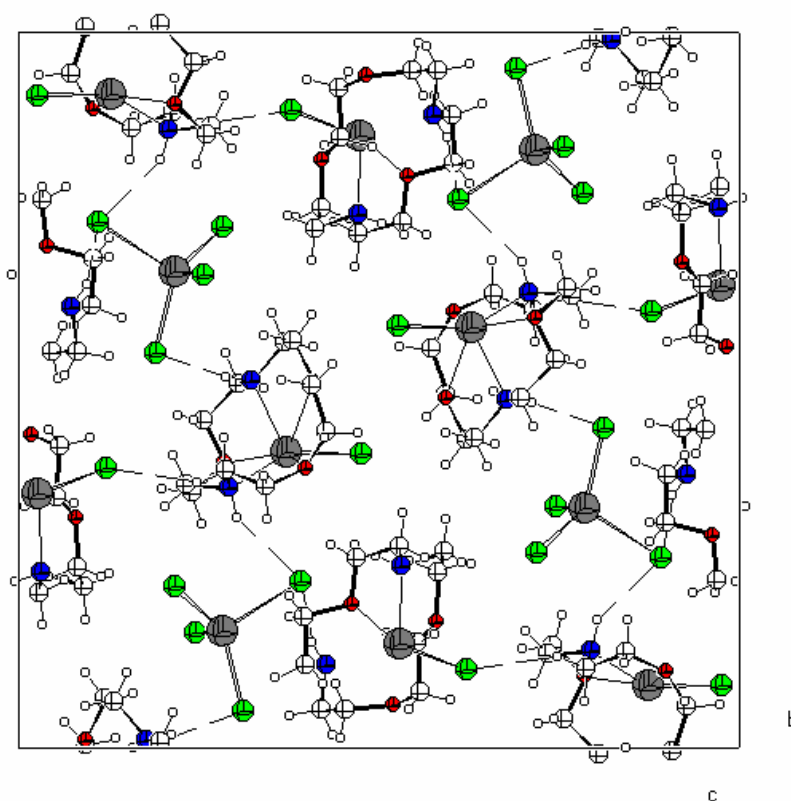


Abbildung 3.18-2 Elementarzelle der Verbindung $[\text{Hg}(\text{Kryptand } 21)\text{Br}]_2 [\text{HgBr}_4]$

Tabelle 3.18-0 : Kristallstrukturdaten für [Hg(Kryptand 21)(Br)]₂ [HgBr₄]

Summenformel	C ₂₀ H ₄₄ Br ₆ Hg ₃ N ₄ O ₆
Molmasse	1517.82
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /c
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	819.7(5) 2103.7(5) 2133.8(5)
α, β, γ (°)	90 96.440(5) 90
Zellvolumen (nm ³)	3.656(3)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.757
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	19.159
Kristallgröße	nicht vermessen
Messbereich (°)	$2.72 \leq 2\theta \leq 50.18$
Indexbereich	$-9 \leq h \leq 9$ $0 \leq k \leq 24$ $0 \leq l \leq 25$
Anzahl der gemessenen Reflexe	4387
Unabhängige Reflexe	3967 [R(int) = 0.1295]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	3967 / 0 / 352
Goodness-of-Fit an F ²	1.154
Endgültige R-Werte [I > 2sigma(I)]	R1 = 0.0755, wR2 = 0.2145
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0757, wR2 = 0.2145
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2179 und -2571

3.19. Der Komplex (1,13-Bis(8-chinolyI)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)Bis-quecksilber(II)iodid

3.19.1. Synthese und Charakterisierung

[(Kryptand 5)(HgI₂)₂] wurde durch die Diffusion einer Lösung des Liganden in die des Schwermetalliodides erhalten. Es wurden dafür im Reagenzglas 4 ml einer methanolischen Lösung von HgI₂ ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) mit 4 ml der methanolischen Lösung von Kryptand 5 ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach ca. zwei Wochen bildeten sich gelbliche Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.19-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.19-1 bis 3.19-4 zusammengefasst.

3.19.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen Raumgruppe $C2/c$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle. Das zentrale Sauerstoffatom O3 des Liganden 1,13-Bis(8-chinolyl)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan ("Kryptand 5") besetzt eine spezielle Lage, das Inversionszentrum der Elementarzelle, alle anderen Atome allgemeine Lagen. Das Komplexmolekül weist die Symmetrie C_i auf.

Der Kryptand koordiniert zwei Einheiten des Quecksilber(II)-iodids mit je einem Chinolyl-Stickstoff N2 bzw. N2" und des ortho-ständigen Sauerstoff O11 bzw. O11", es werden somit nur vier der möglichen sieben Koordinationsstellen des Liganden besetzt.

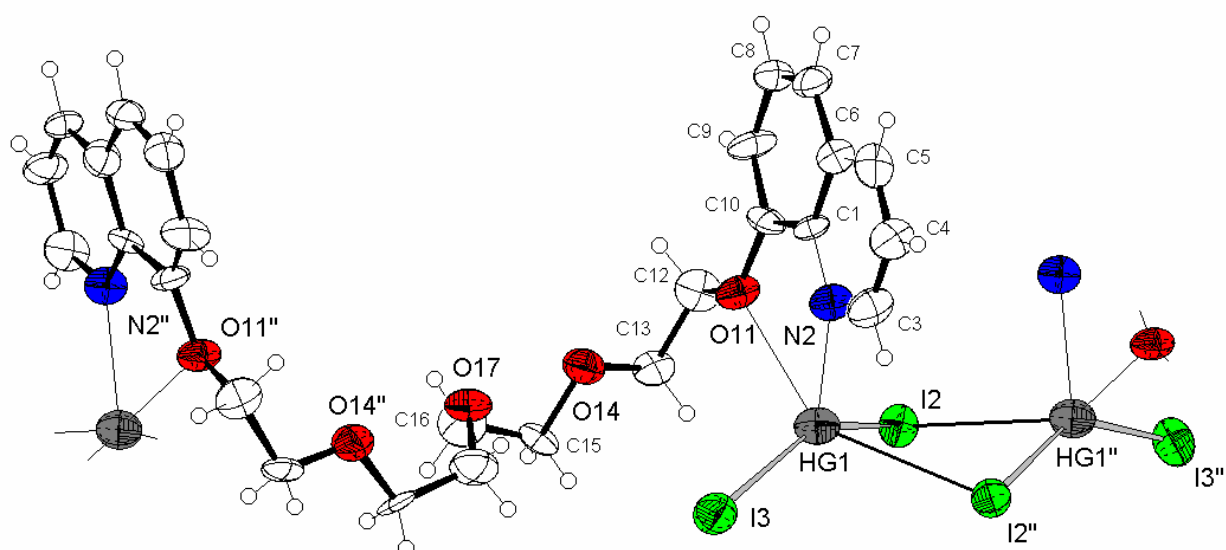


Abbildung 3.19-1 DIAMOND-Plot der Kettenstruktur von [(Kryptand 5)(HgI₂)₂]

Im Quecksilber(II)-iodid sind unterschiedliche Hg-I Abstände zu finden. Der kürzere Abstand Hg(1)-I(3) von 262,5 pm stimmt mit dem in Komplexen mit 18-Krone-6 [70] und Benzo-18-Krone-6 [71] zu beobachtenden Bindungslängen von 261,7 bis 262,7 pm gut überein, während der Abstand Hg(1)-I(2) mit 267,1 pm geringfügig länger ist. Der längere Bindungsabstand lässt sich durch die Tatsache erklären, dass es zu einer Wechselwirkung benachbarter Komplexmoleküle kommt. Ein Iodatome des Quecksilber(II)-iodids verbrückt zwei Quecksilberatome benachbarter Komplexeinheiten und führt damit zur Ausbildung von Ketten, eine Wechselwirkung, die sich schwächend auf die Hg(1)-I(2) Bindung auswirkt.

Die gebildete Struktur ähnelt entfernt den aus **3.5**, **3.9** und **3.15** bekannten $[\text{Hg}_2\text{I}_6]^{2-}$ Einheiten, mit dem Unterschied, dass die Bindung zu einem der terminalen Iodatome in dieser Verbindung durch die Komplexbildung zum Stickstoff- und Sauerstoffatom des Liganden ersetzt wird und die verbrückenden Hg-I-Bindungen zwar im Vergleich zu terminalen Hg-I-Bindung verlängert, aber nicht vergleichbar sind, da der Abstand $\text{Hg}(1)\text{-I}(2)''$ mit 343,6 pm wesentlich länger ist.

Der Hg-N Bindungsabstand beträgt 239,2 pm, was in Übereinstimmung mit den Hg-N-Abständen von 240(2) pm in $[\text{Hg}(1,4\text{-Diazabicyclo}[2.2.2]\text{octan})\text{I}_2]$ [72] und 232-238 pm in den HgI_2 Komplexen von Diaza-15-Krone-5 und Diaza-18-Krone-6 liegt [73].

Der Hg-O Bindungsabstand ist mit 275,2 pm kürzer als entsprechende Bindungslängen in Quecksilber(II)halogenid-Kronenether-Komplexen, die bei 275-290 pm liegen [74], was durch die höhere Koordination des Quecksilbers und die starre Geometrie des Kronenetherliganden bedingt ist.

Die Bindungsabstände C-C, C-O und C-N innerhalb des Liganden stimmen mit denen vergleichbarer untersuchter Verbindungen überein, z.B. denen im (Kryptand 5)-Thioharnstoff-Addukt [75] oder im RbI-Komplex [76, 77]. Der Ligand weist allerdings, bedingt durch die Verbrückung zweier benachbarter Komplexeinheiten und die Koordination des Quecksilbers zu lediglich den der Chinolygruppen benachbarten Sauerstoffatomen, in dieser Verbindung eine andere Faltung auf, aus der eine gestreckte Struktur resultiert, während er im RbI-Komplex zu allen Heteroatomen koordiniert und schraubenartig gedreht vorliegt. Im Thioharnstoff-Addukt findet sich eine Struktur, die zwischen beiden Extremzuständen liegt, da die Bindungen von der NH_2 -Gruppen des Gastmoleküls zu allen Heteroatomen des Wirtsmoleküls nur über Wasserstoffbrücken erfolgt. Der Kryptand liegt in einer leicht gestreckten Form vor.

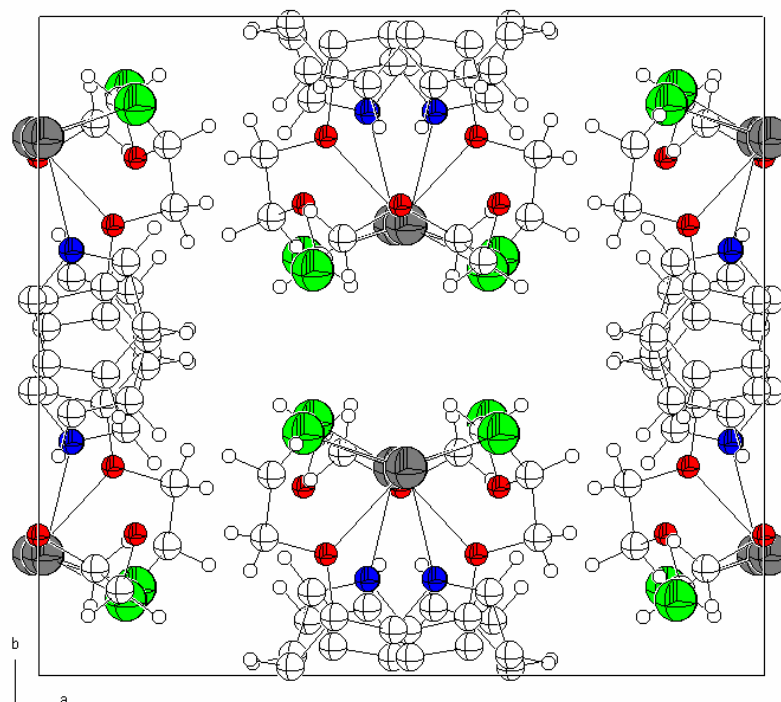


Abbildung 3.19-2 Elementarzelle der Verbindung $[(\text{Kryptand } 5)(\text{HgI}_2)_2]$
mit Ketten in Richtung der c-Achse

Tabelle 3.19-0 : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 5)(HgI₂)₂]

Summenformel	C ₂₆ H ₂₈ Hg ₂ I ₄ N ₂ O ₅
Molmasse	1357.28
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 Å
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	C2/c
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1828.23(3) 1361.16(3) 1576.19(2)
α,β,γ (°)	90 124.8020(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	3.22077(10)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	2.799
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	13.393
Kristallgröße	0,38×0,36×0,25
Messbereich (°)	4.04 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-23 ≤ h ≤ 23 -17 ≤ k ≤ 16 -20 ≤ l ≤ 17
Anzahl der gemessenen Reflexe	11799
Unabhängige Reflexe	3696 [R(int) = 0.0548]
Strukturverfeinerung	Vollmatrix Least-Squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	3696 / 0 / 177
Goodness-of-Fit an F ²	1.050
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0407, wR2 = 0.0942
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0602, wR2 = 0.1032
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	1196 und -2473

3.20. Der Komplex *Di(1,13-bis(8-chinolyI)-1,4,7,10,13-pentaoxatridecan)tetrakis-quecksilber(II)thiocyanat*

3.20.1. Synthese und Charakterisierung

$[(\text{Kryptand } 5)_2\{\text{Hg}(\text{SCN})_2\}_4]$ wurde durch die Diffusion einer Lösung des Liganden in die des Schwermetallthiocyanats erhalten. Es wurden dafür im Reagenzglas 4 ml einer methanolischen Lösung von $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) mit 4 ml der methanolischen Lösung von Kryptand 5 ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet. Nach ca. zwei Wochen bildeten sich leicht gelbliche Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.20-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.20-1 bis 3.20-4 zusammengefasst.

3.20.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen zentrosymmetrischen Raumgruppe $P2_1/n$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle, die asymmetrische Einheit enthält zwei unabhängige Moleküle des Komplexes.

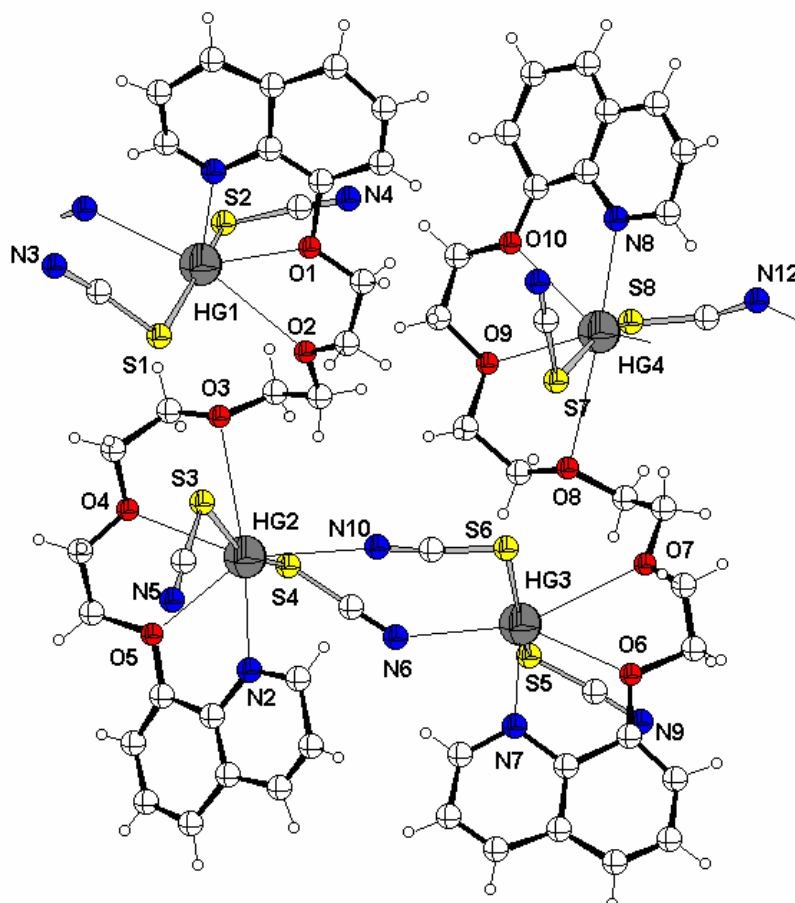


Abbildung 3.20 -1 DIAMOND-Plot der Verbindung $[(\text{Kryptand } 5)_2\{\text{Hg}(\text{SCN})_2\}_4]$

Ein Molekül des Kryptanden koordiniert zwei Formeleinheiten des Quecksilberthiocyanats, Quecksilberatome benachbarte Komplexeinheiten werden über Thiocyanatbrücken verknüpft, so dass sich eine Kettenstruktur entlang der a-Achse herausbildet (Abb.3.20-2).

Zusätzlich zu den Bindungen der Chinolyl-N-Atome und anders als in **3.19** bilden alle fünf Sauerstoffatome des Kryptanden Bindungen zu den Quecksilberatomen aus und zwar O1 und O2 (O6 und O7) zu Hg1 (Hg3), sowie O3, O4 und O5 (O7, O8 und O9) zu Hg2 (Hg4).

Durch diese Besetzung aller zur Koordination möglichen Stellen nimmt der Ligand im Vergleich zur gestreckten Form in **3.19** eine Helixstruktur an.

Die Hg-O-Bindungslängen nehmen mit zunehmenden Abstand des Sauerstoffatoms vom Chinolyl-Rest von 271,8 - 274,9 pm für die benachbarten Sauerstoffatome (O1, O5, O6 und O10) über 295 - 314,9 pm (O2, O4, O7 und O9) bis 314,5 - 326,1 pm für das mittlere Sauerstoffatom (O3 und O8) zu. Die Abstände zum Chinolyl-N-Atom sind mit 242,4 - 249,0 pm etwas höher als in **3.19**, was sich aus der höheren Koordination der Quecksilberatome in dieser Verbindung erklärt. Die höher koordinierten Quecksilberatome (Hg2, Hg4) haben dementsprechend auch einen etwas längeren Hg-N-Abstand.

Die Bindung des Quecksilbers zum Thiocyanatrest weist für Hg-S Bindungslängen von 237,9 - 240,1 pm auf, ein Bereich in dem auch der im freien Quecksilber(II)thiocyanat gefundene Wert von 238,1(6) pm liegt, die Winklung der Thiocanationen am Schwefel ist mit ca. 100° ebenfalls mit anderen Thiocyanatkomplexen vergleichbar [78].

Alle weiteren Bindungslängen und Winkel liegen ebenfalls im Bereich der von anderen Strukturen bekannten Werte.

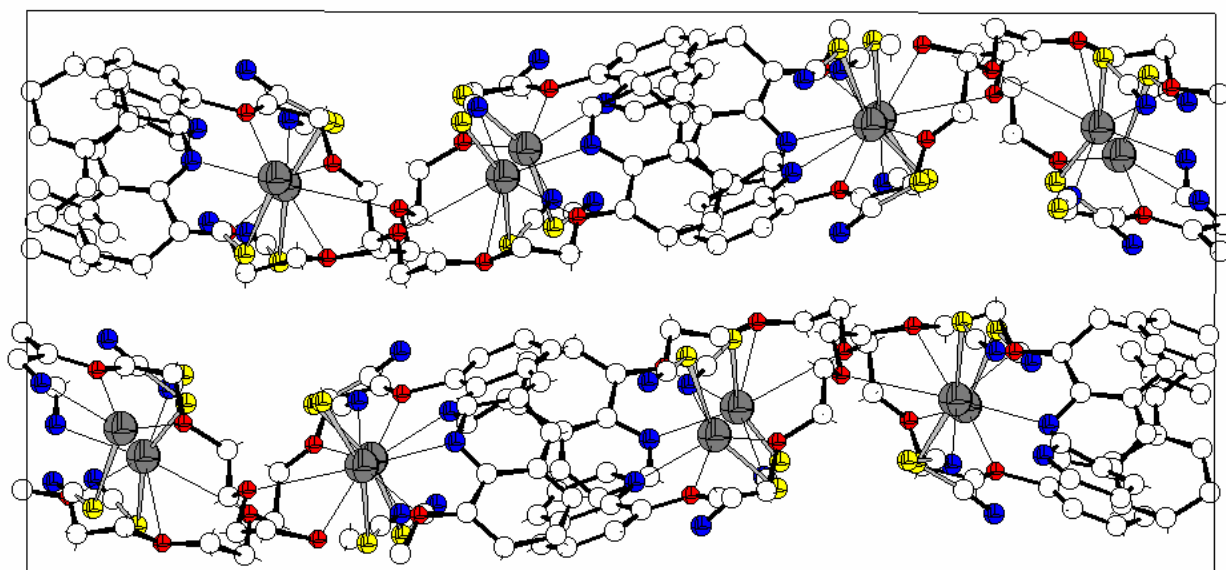


Abbildung 3.20-2 Elementarzelle von [(Kryptand 5)₂{Hg(SCN)₂}₄] mit Kettenstruktur in Richtung der a-Achse

Tabelle 3.20-0 : Kristallstrukturdaten für [(Kryptand 5)₂{Hg(SCN)₂}]₄

Summenformel	C60 H56 Hg4 N12 O10 S8
Molmasse	2164,01
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /n
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1511,37(2) 3174,45(3) 1641,79(2)
α,β,γ (°)	90 113,900(1) 90
Zellvolumen (nm ³)	7.20151
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1,996
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	8,80
Kristallgröße	0,48 × 0,34 × 0,1
Messbereich (°)	0 ≤ 2θ ≤ 55°
Indexbereich	-13 ≤ h ≤ 19 -40 ≤ k ≤ 41 -21 ≤ l ≤ 18
Anzahl der gemessenen Reflexe	52147
Unabhängige Reflexe	16390 [R(int) = 0.1972]
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	16390 / 0 / 847
Goodness-of-Fit an F ²	
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0609, wR2 = 0.1480
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0740, wR2 = 0.1599
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	920 und -830

3.21. Der Komplex (18-krone-6)kalium-tricyanomercurat(II)

3.21.1. Synthese und Charakterisierung

$\{[K(18\text{-Krone-6})] \text{Hg}(\text{CN})_3\}$ wurde durch die Diffusion einer Lösung des Liganden in die des Schwermetallcyanids erhalten. Es wurden dafür im Reagenzglas methanolische Lösungen von 2 ml $\text{Hg}(\text{CN})_2$ ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) mit 2 ml KCN ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 4 ml der methanolischen Lösung von 18-Krone-6 ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet.

Nach ca. zwei Wochen bildeten sich durchsichtige, weitgehend farblose Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.21-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.21-1 bis 3.21-4 zusammengefasst.

3.21.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der chiralen, nicht-zentrosymmetrischen Raumgruppe $P2_12_12_1$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Jedes der Quecksilberatome ist tetraedisch von vier Cyanidgruppen koordiniert. Zwei dieser Cyanidgruppen bilden durch Verbrückung von Quecksilberatomen eine polymere Kettenstruktur aus, über die zwei weiteren Cyanidgruppen erfolgt eine Koordination mit je einem komplexen Kation.

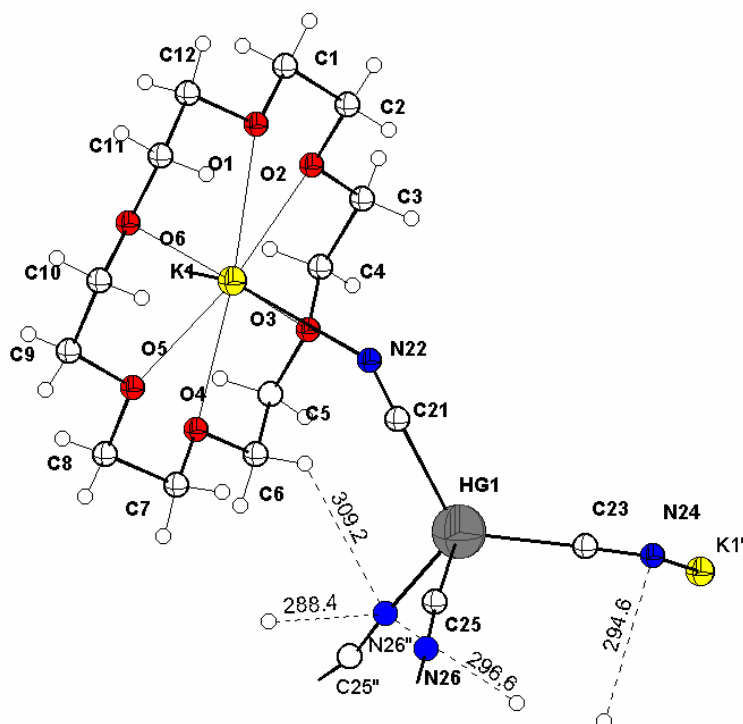


Abbildung 3.21-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $\{[K(18\text{-Krone-6})] \text{Hg}(\text{CN})_3\}$

Die Kaliumatome sind hexagonal bipyramidal koordiniert. Sie liegen in der Ebene eines 18-Krone-6 Liganden von dessen 6 Ethersauerstoffen eine Koordination erfolgt. Senkrecht ober- und unterhalb der Ebene des Liganden erfolgt eine weitere Koordination zu zwei Cyanidgruppen.

Anders als in **3.22** gehen also somit von allen tetraedrisch zum Quecksilber koordinierten Cyanidgruppen unendliche Ketten aus, so dass sich ein dreidimensionales Netzwerk ausbildet. Zwei versetzt parallel verlaufende Quecksilbercyanidketten werden über jedes zweite Quecksilberatom dieser Ketten miteinander verknüpft.

In Richtung der kristallographischen b-Achse bilden sich abwechselnd Schichten der Quecksilbercyanidkette und des Liganden aus.

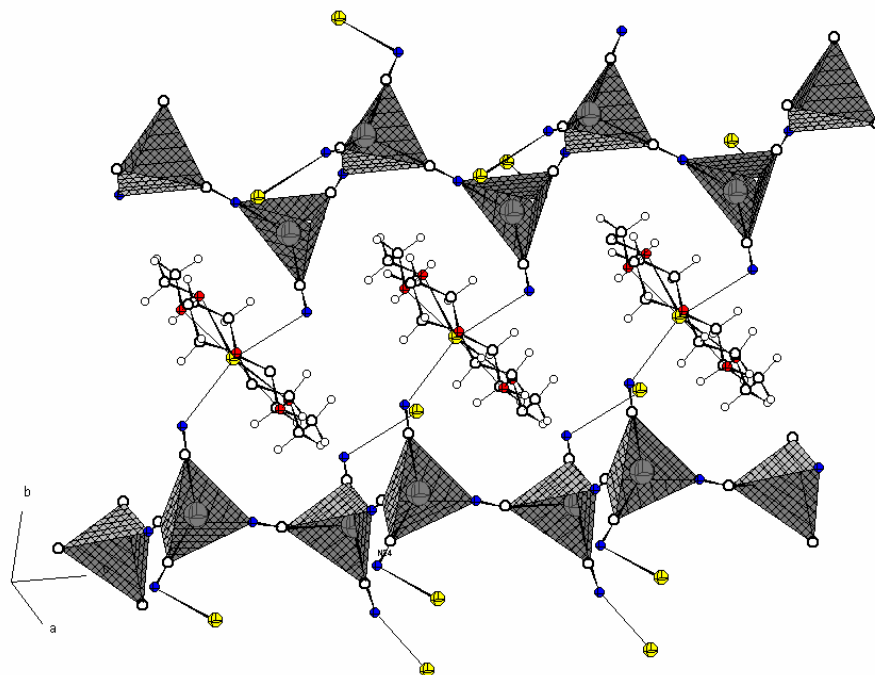


Abbildung 3.21-2 Ausbildung von Hg-Cyanidketten in {[K(18-Krone-6)] Hg(CN)₃}

Die Bindungslängen und -winkel im 18-Krone-6 Liganden entsprechen den aus vielen anderen Verbindungen (z.B. [79]) bekannten Werten. Die O-K-O Bindungswinkel weisen nur geringe Schwankungen auf und liegen bei $60,4 \pm 1,1^\circ$. Bindungsabstände für die Koordination K- O finden sich bei 282 ± 6 pm. Die weiteren Bindungen weisen mit 150 ± 6 pm für C-C und 140 ± 3 pm für C-O ebenfalls keine ungewöhnlichen Werte auf.

Innerhalb der $[\text{Hg}(\text{CN})_4]^{2-}$ Tetraeder findet sich eine Verzerrung der idealen Tetraederwinkel von $109,5^\circ$ auf Winkel zwischen $94,2^\circ$ und $124,7^\circ$. Erwartungsgemäß erfolgt aus sterischen Gründen eine räumliche Abstoßung der komplexen Kationen, so dass sich zwischen den beiden Cyandidgruppen, die eine Koordination zum zentral im Liganden liegenden Kaliumatom eingehen, mit $124,7^\circ$ für C(23)-Hg(1)-C(21) der größte Winkel findet. Dagegen ist der Winkel zwischen den Cyanidgruppen der polymeren Kette auf $95,9^\circ$ gestaucht.

Die Bindungsabstände von Quecksilber zur Cyanidgruppe liegen für Hg(1)-C(23) und Hg(1)-C(21) fast identisch bei 214 bzw. 215,3 pm für Verbrückungen zum Kaliumatom und sind bedeutend länger für die Bindung Hg(1)-C(25) innerhalb der Kette bei 251,7 pm. Die Koordination zur benachbarten asymmetrischen Einheit [Hg(1)-N(26)] liegt bei 220,0 pm. Innerhalb der Cyanidgruppen finden sich C-N-Bindungsabstände von 109 - 111 pm für die zum Kalium koordinieren Gruppen und mit 113 pm geringfügig längere Bindungen innerhalb der Brücken.

Zwischen dem komplexen Kation und den Stickstoffatomen der Cyanidgruppen bilden sich Wasserstoffbrücken beginnend bei einer Distanz von 288 pm aus.

Tabelle 3.21-0 : Kristallstrukturdaten für [K (18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Summenformel	C ₁₅ H ₂₄ Hg ₁ K ₁ N ₃ O ₆
Molmasse	776.08
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	71.073 pm
Kristallsystem	orthorhombisch
Raumgruppe	P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1456.11(5) 1780.58(5) 851.68(2)
	90
α,β,γ (°)	90
	90
Zellvolumen (nm ³)	2.20817(11)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.751
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	7.190
Kristallgröße	0.26 × 0.40 × 0.16
Messbereich (°)	3.62 ≤ 2θ ≤ 46.56
Indexbereich	-14 ≤ h ≤ 16 -19 ≤ k ≤ 19 -9 ≤ l ≤ 8
Anzahl der gemessenen Reflexe	11926
Unabhängige Reflexe	3186 [R(int) = 0.1320]
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares an F ²
Daten / Restraints / Parameter	3186 / 0 / 235
Goodness-of-Fit an F ²	1.074
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0609, wR2 = 0.1480
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.0740, wR2 = 0.1599
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	2228 und -1882

3.22. Der Komplex (benzo-18-krone-6) kalium-tricyanomercurat(II)

3.22.1. Synthese und Charakterisierung

$\{[K(\text{Benzo-18-Krone-6})] \text{Hg}(\text{CN})_3\}$ wurde durch die Diffusion einer Lösung des Liganden in die des Schwermetallcyanids erhalten. Es wurden dafür im Reagenzglas methanolische Lösungen von 2 ml $\text{Hg}(\text{CN})_2$ ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) mit 2 ml KCN ($c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) vermischt und mit 4 ml der methanolischen Lösung von Benzo-18-Krone-6 ($c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) überschichtet.

Nach ca. zwei Wochen bildeten sich durchsichtige, weitgehend farblose Kristalle.

Die Kristalldaten sind in Tab. 3.22-0, ausgewählte Bindungslängen und Winkel im Anhang in Tab. 3.22-1 bis 3.22-4 zusammengefasst.

3.22.2. Diskussion der Kristallstruktur

Die Verbindung kristallisiert in der monoklinen zentrosymmetrischen Raumgruppe $P2_1/n$ mit 4 Formeleinheiten pro Elementarzelle.

Sie besteht aus Ketten von Quecksilberatomen, die durch Cyanidbrücken in der Form -Hg-CN-Hg- verbunden sind. Jedes Quecksilberatom ist in einem verzerrten Tetraeder von vier Cyanidgruppen umgeben. Zwei dieser Gruppen bilden die Kette, eine weitere koordiniert zu einem Kaliumatom, die vierte Gruppe weist keine weitere Koordination auf.

Die Kaliumatome sind hexagonal pyramidal koordiniert. Sie liegen in der Ebene eines Benzo-18-Krone-6 Liganden von dessen 6 Ethersauerstoffen die Koordination erfolgt. Senkrecht zur der Ebene des Liganden erfolgt eine weitere Koordination zu der Cyanidgruppe.

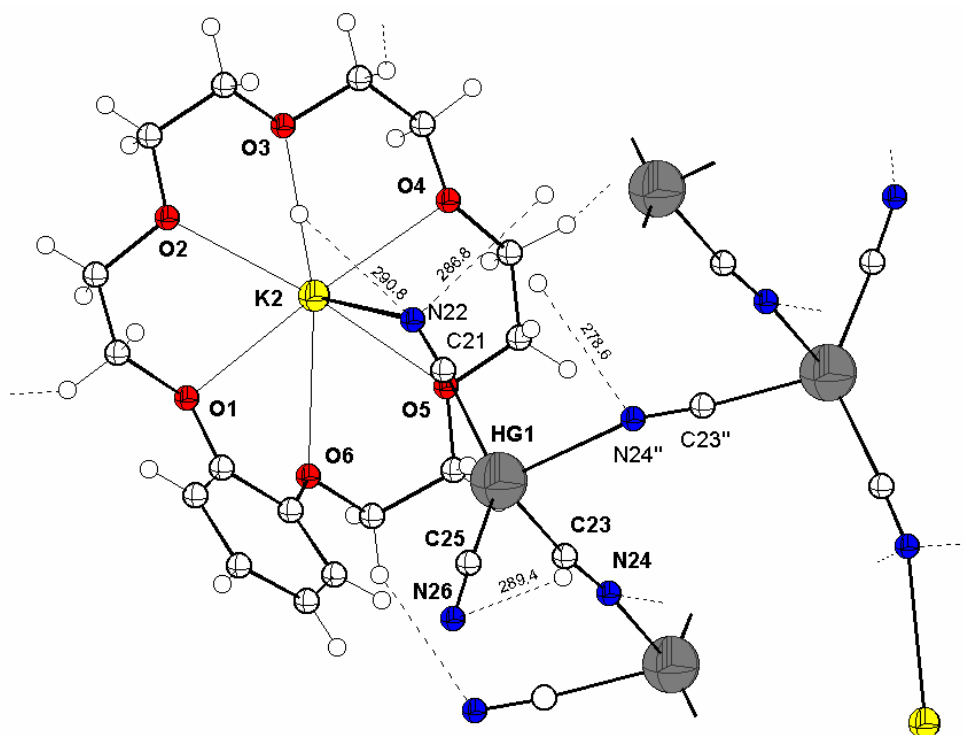


Abbildung 3.22-1 DIAMOND-Plot der Verbindung $\{[K(\text{Benzo-18-Krone-6})] \text{Hg}(\text{CN})_3\}$

Die Bindungslängen und -winkel im Benzo-18-Krone-6 Liganden entsprechen den aus anderen Verbindungen [80] bekannten Werten. Die O-K-O Bindungswinkel weisen mit Ausnahme des Winkels an der Benzogruppe [O(1)-K(2)-O(6) mit $54,7^\circ$] nur geringe Unterschiede auf und liegen bei $61,5 \pm 0,7^\circ$.

Bindungsabstände für die Koordination K - O finden sich bei 278 ± 5 pm, die höheren Bindungsabstände liegen erwartungsgemäß zu den Ethersauerstoffen O1 und O6, die der Benzogruppe benachbart sind, sowie zu O5 mit 281,5 pm das der polymeren Kette am nächsten liegt. Die kürzeste K-O-Bindungslänge mit 273,0 pm zu O2 ist dieser langen Bindung gegenübergelegen. Die weiteren Bindungen weisen mit 148 ± 9 pm für aliphatische und 140 ± 4 für aromatische C-C-Bindungen, sowie und 141 ± 6 pm für C-O-Bindungen keine außergewöhnlichen Werte auf.

Der Koordinationspolyeder des Quecksilbers ist ein stark verzerrtes Tetraeder, in dem sich bis auf eine Ausnahme Bindungswinkel zwischen $94,4^\circ$ und $109,0^\circ$ finden. Der von diesen Werten abweichende und mit $136,2^\circ$ stark aufgeweitete Winkel C(25)-Hg(1)-C(21) liegt zwischen der zum Kalium des komplexen Kations koordinierenden und der nicht zur polymeren Kette gehörenden Cyanidgruppe. Diese "freie" Cyanidgruppe weist als einzige der vier das Quecksilber koordinierenden keine weiteren Bindungen auf und reagiert somit stärker auf intramolekulare Wechselwirkungen. Sie bildet eine, mit 332 pm recht lange Wasserstoffbrücke zur Benzogruppe des Liganden [N16 ... H(13)] aus.

Innerhalb der Cyanidgruppen liegen C-N Bindungsabstände von 109(2) pm bis 115(2) pm vor. Bei den Hg-C-Bindungslängen finden sich die größten Werte für die Bindung Hg(1)-C(23) innerhalb der polymeren Kette mit 220,7 pm, die kürzesten Abstände zur terminalen "freien" Cyanidgruppe mit 206 pm für Hg(1)-C(25). Die zum komplexen Kation verbrückenden Cyanidgruppe zeigt für die Bindung Hg(1)-C(21) einen mittleren Wert von 210,7 pm. Die Hg-N-Bindung zur nächsten asymmetrischen Einheit liegt bei 249 pm.

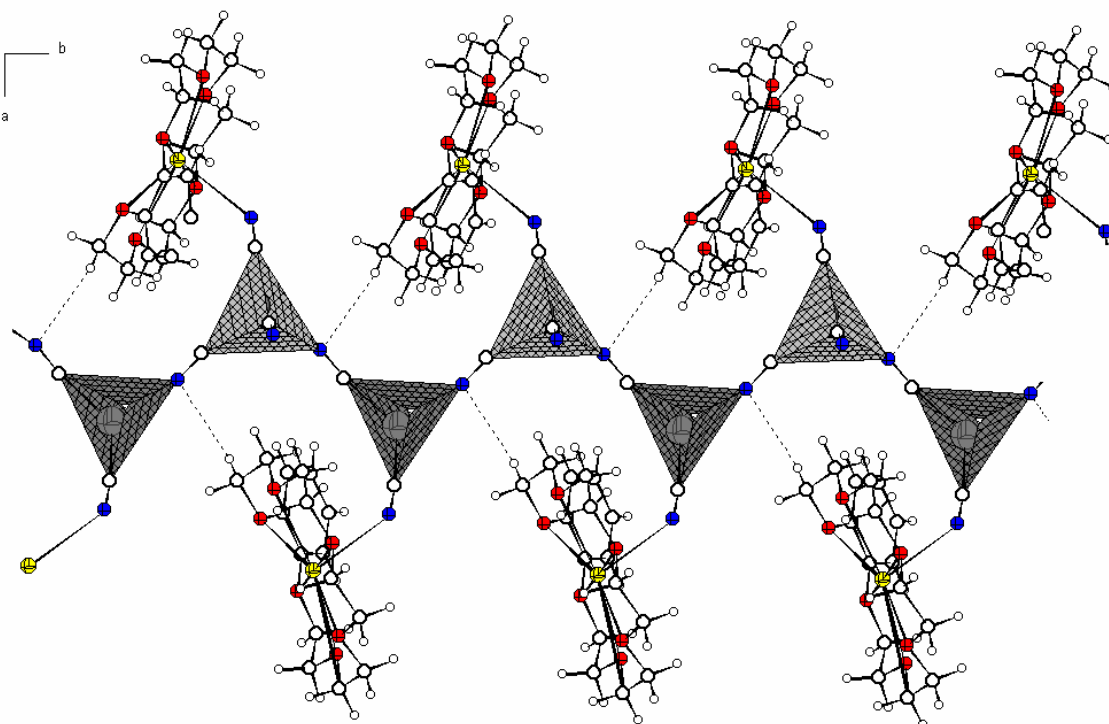


Abbildung 3.22-2 Kettenstruktur der Hg-Cyanidgruppen in $[\text{K}(\text{Benzo-18-Krone-6})]\text{Hg}(\text{CN})_3$

Tabelle 3.22-0 : Kristallstrukturdaten für [K (Benzo-18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Summenformel	C ₁₉ H ₂₄ Hg ₁ K ₁ N ₃ O ₆
Molmasse	630.10
Temperatur	293(2) K
Wellenlänge	0.71073 Å
Kristallsystem	monoklin
Raumgruppe	P2 ₁ /n
Zelldimensionen	
a,b,c (pm)	1490.20(4) 837.76(2) 1986.46(5)
α,β,γ (°)	90 99.3090(10) 90
Zellvolumen (nm ³)	2.44730(11)
Formeleinheiten pro Zelle	4
Berechnete Dichte (Mg/m ³)	1.710
Absorptionskoeffizient (mm ⁻¹)	6.495
Kristallgröße	0,54 × 0,16 × 0,04
Messbereich (°)	3.18 ≤ 2θ ≤ 55.00
Indexbereich	-19 ≤ h ≤ 19 -10 ≤ k ≤ 9 -25 ≤ l ≤ 24
Anzahl der gemessenen Reflexe	17665
Unabhängige Reflexe	5614 [R(int) = 0.1087]
Strukturverfeinerung	Full-matrix least-squares on F ²
Daten / Restraints / Parameter	5614 / 0 / 271
Goodness-of-Fit an F ²	1.025
Endgültige R-Werte [I > 2σ(I)]	R1 = 0.0896, wR2 = 0.2227
R-Werte (sämtliche Daten)	R1 = 0.1984, wR2 = 0.2830
Restelektronendichte (max./min.) (e · nm ⁻³)	3478 und -1584

4. Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Darstellung von Komplexen der Metalle der II. Nebengruppe mit macrozyklischen Liganden.

Halogenid- und Pseudohalogenidsalze des Cadmiums und Quecksilbers bzw. deren Komplexe mit den entsprechenden Alkalimetallsalzen wurden mit Liganden unterschiedlicher Koordinationsfähigkeit von 12-Krone-4 bis Dibenzo-24-Krone-8 umgesetzt. Dabei wurde unter anderem das Augenmerk darauf gerichtet, ob und in welcher Weise die eingesetzten Liganden die Bildung von Polyhalogenmercuraten und -cadmaten begünstigen.

Die Fähigkeit und Art der Liganden Schwermetall- und Alkalimetallionen zu komplexieren wird von der Hohlraumgröße in der das Ion eingelagert werden kann bestimmt. Kleine Liganden wie 12-Krone-4 bilden in dieser Arbeit auch mit Kationen geringer Größe, wie Li^+ keine Einlagerungen, sondern Sandwichkomplexe aus [3.1, 3.2].

Werden dem Liganden größere Ionen angeboten, wie z.B. K^+ in der Verbindung [(12-krone-4)]bis-[dicyanomercurat(II)] so wird dieses Kation nicht in das Kristallgitter eingebaut und der Ligand liegt in einer isolierten Form vor.

Größere Liganden bilden Strukturen in ähnlicher Weise.

Im Fall von Benzo-15-Krone-5 werden bevorzugt Kalium-, Cäsium- und Ammoniumkationen als Sandwichkation koordiniert, während sich mit Lithiumkationen keine Verbindungen darstellen ließen, da diese einen zu geringen Ionenradius für eine Wechselwirkung besitzen.

Die Bildung von Sandwichkationen konnte in dieser Arbeit nur bei den Liganden 12-Krone-4 und Benzo-15-Krone-5 festgestellt werden, die anderen hier betrachteten Liganden komplexieren die Kationen als Zentralatome in der Ebene des Liganden oder gehen mit Ionen, die von der idealen Einlagerungsgröße abweichen, keine Verbindungen ein.

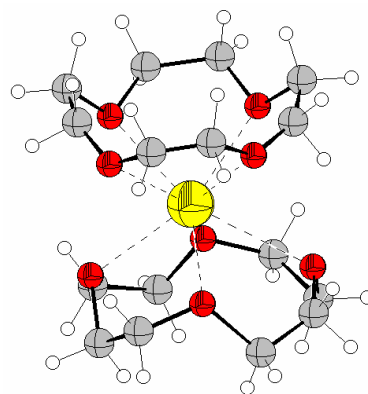


Abbildung 5.1 (12-Krone-4)₂Li⁺ - Sandwichkation

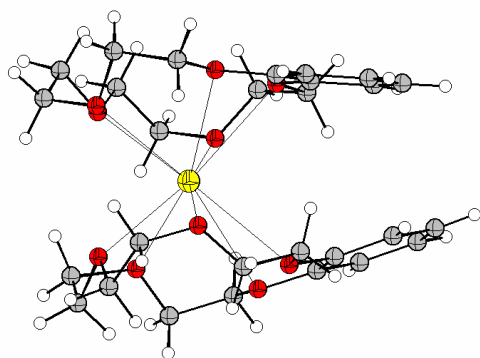


Abbildung 5.2 (B-15-Krone-5) $_2$ K $^{+}$

Sandwichkation

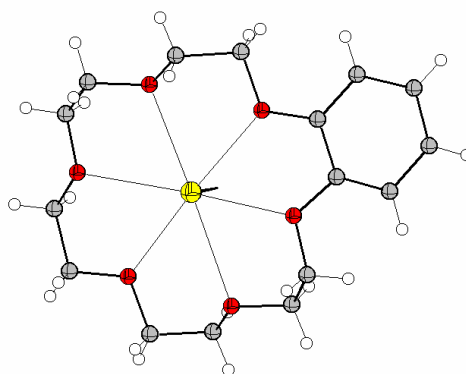


Abbildung 5.3 (B-18-Krone-6)K $^{+}$

Komplexierung in der Ebene des Liganden

Eine Ausnahme sind die Liganden Kryptand 21 und Kryptand 22, die im Unterschied zu den reinen Oxa-Liganden die Möglichkeit besitzen, ihre Stickstoffatome zu protonieren und so ein Ligandenkation ohne eine Koordination zu einem Alkali- oder Schwermetall zu bilden.

Diese protonierten Formen bildeten sich bevorzugt, wenn ein Schwermetall-Alkalimetallsalz-Komplex der Form $M(1)_2[M(2)(X)_4]$ verwendet wurde, dessen Alkalimetallion $M(1)$ einen für den Liganden ungeeigneten Ionenradius aufweist, z.B. Li^{+} für Kryptand 22 [3.11] oder Cs^{+} für Kryptand 21 [3.15].

Die Bedingungen, die zur bevorzugten Ausbildung von Polyanionen führen, konnten nur empirisch untersucht werden, da die Bildung von verwertbaren Einkristallen einer Vielzahl von Einflüssen unterworfen ist, die reproduzierbare Ergebnisse bei etlichen Verbindungen zwar wahrscheinlich machen aber nicht absolut sicherstellen.

Ausgehend von Iodid als dem einfachsten Anion in der Verbindung [Iodo(diaza-15-Krone-5)cadmium(II)]-iodid [3.16], über das Tetraiodomercurat(II)ion [3.11] (analog Tetraiodocadmat(II)- [3.17], Tetrabromomercurat(II)- [3.18]) und Hexaiododimercurat(II)- [3.4, 3.5, 3.9, 3.10, 3.14, 3.15] (analog Hexaiododicadmat(II)- [3.6]) wurden auch Anionen höherer Komplexität erhalten. Es konnten Octaiodotrimercurat(II)- [3.1], Decaiodotetramercurat(II)- [3.2] und ein polymeres Pentaiododimercurat(II)anion [3.7] charakterisiert werden.

Die höheren Polyanionen bildeten sich in Gegenwart von $(12\text{-Krone-4})_2Li^{+}$ -Kationen, während das Hexaiododimercurat(II)- und verwandte Anionen unspezifischer auf die Gegenwart der komplexen Kationen mit einer Vielzahl der verwendeten Liganden gebildet wurden.

5. Anhang

Tabelle 3.1-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren $U_{\text{eq.}}$ [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Li}(\text{12-krone-4})_2]_2[\text{Hg}_3\text{I}_8]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(\text{eq})$
Hg1	2271(1)	161(1)	1531(1)	85(1)
Hg2	171(1)	287(1)	1337(1)	103(1)
Hg3	2354(1)	-337(1)	1124(1)	103(1)
I1	3317(1)	106(1)	979(1)	92(1)
I2	2731(1)	221(1)	2196(1)	73(1)
I3	893(1)	-823(1)	1485(1)	94(1)
I4	1047(1)	1301(1)	1416(1)	75(1)
I5	-763(1)	136(1)	668(1)	88(1)
I6	-1629(1)	464(1)	1742(1)	110(1)
I7	-3697(1)	315(1)	882(1)	129(1)
I8	-1777(1)	-1497(1)	1312(1)	112(1)
O1	-3698(10)	-2529(7)	2287(4)	85(5)
O2	-4409(10)	-2901(7)	1639(4)	86(5)
O3	-5855(9)	-3382(7)	1982(4)	77(5)
O4	-5201(9)	-3002(6)	2603(4)	77(5)
O5	-4453(12)	-1359(9)	1860(6)	116(7)
O6	-5038(12)	-1507(8)	2526(5)	104(6)
O7	-6507(12)	-2072(10)	2287(6)	120(7)
O8	-5951(17)	-1949(11)	1606(6)	139(8)
O9	2232(16)	-2772(11)	555(7)	151(8)
O10	516(15)	-2449(11)	423(6)	149(8)
O11	1220(15)	-1466(10)	50(6)	140(8)
O12	2935(13)	-1767(9)	185(6)	122(7)
O13	-7957(15)	1733(12)	71(7)	158(9)
O14	-7184(18)	2455(13)	528(7)	170(9)
O15	-5451(18)	2034(14)	328(8)	193(11)
O16	-6305(17)	1388(12)	-131(7)	165(9)
Li1	-5170(20)	-2315(15)	2103(9)	77(13)
Li2	1730(30)	-2500	0000	81(17)
Li3	-6760(30)	2500	0000	65(14)
C1	-3202(15)	-2664(11)	1993(5)	83(8)
C2	-3587(15)	-3088(13)	1752(8)	131(11)
C3	-4939(15)	-3402(10)	1514(6)	89(8)
C4	-5338(14)	-3772(10)	1771(6)	87(8)
C5	-6063(14)	-3659(12)	2300(5)	89(8)
C6	-5441(15)	-3651(9)	2561(6)	94(8)
C7	-4399(12)	-2915(12)	2767(6)	97(8)
C8	-3658(16)	-2964(12)	2560(6)	100(9)
C9	-4340(30)	-868(17)	2096(8)	188(17)
C10	-4530(20)	-974(15)	2439(9)	182(17)
C11	-5807(17)	-1262(18)	2651(12)	220(20)
C12	-6460(20)	-1710(16)	2592(8)	150(14)
C13	-7070(20)	-1790(20)	2053(8)	196(19)
C14	-6800(20)	-2030(20)	1736(10)	185(18)
C15	-5660(20)	-1408(19)	1431(12)	250(30)
C16	-4820(20)	-1269(19)	1537(8)	166(15)
C17	1660(20)	-2750(20)	831(9)	230(20)
C18	810(20)	-2775(17)	712(8)	168(15)
C19	270(20)	-1812(12)	496(8)	138(12)
C20	380(17)	-1492(16)	184(8)	147(13)
C21	1776(17)	-996(14)	181(9)	150(13)
C22	2633(18)	-1145(12)	108(9)	131(11)
C23	3190(20)	-1879(14)	519(7)	152(13)
C24	3053(18)	-2524(14)	612(10)	155(14)
C25	-8300(20)	1891(18)	389(8)	158(14)
C26	-7870(20)	2130(20)	672(9)	220(20)
C27	-6560(20)	2450(20)	787(9)	203(18)
C28	-5790(20)	2331(18)	618(9)	165(14)
C29	-5230(20)	1512(16)	116(9)	143(13)
C30	-5730(30)	973(17)	23(14)	290(30)
C31	-7051(19)	1024(16)	-186(10)	155(14)
C32	-7830(20)	1089(15)	-10(12)	220(20)

Tabelle 3.1-2 : Bindungslängen (pm) in [Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₃I₈]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(1)	267.5(2)	O(14)-C(26)	136.8(15)
Hg(1)-I(2)	267.7(2)	O(14)-C(27)	138.3(15)
Hg(1)-I(3)	291.48(19)	O(14)-Li(3)	215(3)
Hg(1)-I(4)	301.77(18)	O(15)-C(28)	137.6(14)
Hg(2)-I(6)	275.4(2)	O(15)-C(29)	138.5(14)
Hg(2)-I(5)	276.6(2)	O(15)-Li(3)	255(4)
Hg(2)-I(4)	280.02(19)	O(16)-C(30)	135.9(15)
Hg(2)-I(3)	284.5(2)	O(16)-C(31)	137.7(14)
Hg(3)-I(7)	262.0(2)	O(16)-C(29)	192(4)
Hg(3)-I(8)	262.9(2)	O(16)-Li(3)	242(3)
Hg(3)-I(6)	310.8(2)	Li(2)-O(11)	226(3)
Hg(3)-I(5)	315.9(2)	Li(2)-O(9)	235(3)
O(1)-C(8)	138.2(14)	Li(2)-O(12)	247(4)
O(1)-C(1)	140.0(13)	Li(2)-O(10)	249(4)
O(1)-Li(1)	240(3)	Li(3)-O(14)	215(3)
O(2)-C(2)	138.6(14)	Li(3)-O(13)	243(4)
O(2)-C(3)	139.1(13)	Li(3)-O(16)	242(3)
O(2)-Li(1)	245(4)	Li(3)-O(15)	255(4)
O(3)-C(4)	138.8(13)		
O(3)-C(5)	139.2(13)	C(1)-C(2)	140.2(16)
O(3)-Li(1)	246(4)	C(3)-C(4)	139.2(15)
O(4)-C(6)	138.4(13)	C(5)-C(6)	138.9(15)
O(4)-C(7)	139.3(13)	C(7)-C(8)	139.2(16)
O(4)-Li(1)	239(3)	C(9)-C(10)	137.6(17)
O(5)-C(9)	136.8(14)	C(11)-C(12)	137.6(17)
O(5)-C(16)	138.4(14)	C(13)-C(14)	138.8(17)
O(5)-Li(1)	242(3)	C(15)-C(16)	138.2(17)
O(6)-C(11)	136.7(15)	C(17)-C(18)	138.5(17)
O(6)-C(10)	138.2(14)	C(19)-C(20)	138.2(16)
O(6)-Li(1)	234(4)	C(21)-C(22)	137.7(16)
O(7)-C(13)	137.0(15)	C(23)-C(24)	137.9(16)
O(7)-C(12)	139.5(14)	C(25)-C(26)	136.9(17)
O(7)-Li(1)	223(4)	C(27)-C(28)	137.5(17)
O(8)-C(15)	136.8(15)	C(29)-C(30)	138.4(17)
O(8)-C(14)	140.1(14)	C(31)-C(32)	137.9(16)
O(8)-Li(1)	239(4)		
O(9)-C(24)	137.3(14)		
O(9)-C(17)	138.3(15)		
O(9)-Li(2)	235(3)		
O(10)-C(18)	137.6(14)		
O(10)-C(19)	137.8(14)		
O(10)-Li(2)	249(4)		
O(11)-C(21)	137.9(14)		
O(11)-C(20)	138.7(14)		
O(11)-Li(2)	226(3)		
O(12)-C(23)	137.5(14)		
O(12)-C(22)	138.3(14)		
O(12)-Li(2)	247(4)		
O(13)-C(32)	136.4(14)		
O(13)-C(25)	137.8(14)		
O(13)-Li(3)	243(4)		

Tabelle 3.1-3 : Bindungswinkel (°) in [Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₃I₈]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(1)-Hg(1)-I(2)	128.02(7)	Hg(2)-I(3)-Hg(1)	83.11(5)
I(1)-Hg(1)-I(3)	110.77(7)	Hg(2)-I(4)-Hg(1)	82.02(5)
I(2)-Hg(1)-I(3)	106.33(6)	Hg(2)-I(5)-Hg(3)	76.19(6)
I(1)-Hg(1)-I(4)	106.57(6)	Hg(2)-I(6)-Hg(3)	77.24(6)
I(2)-Hg(1)-I(4)	105.69(6)		
I(3)-Hg(1)-I(4)	94.09(5)	O(5)-Li(1)-O(6)	70.7(11)
I(6)-Hg(2)-I(5)	106.57(7)	O(6)-Li(1)-O(7)	72.2(13)
I(6)-Hg(2)-I(4)	112.30(7)	O(7)-Li(1)-O(8)	74.1(12)
I(5)-Hg(2)-I(4)	113.78(7)	O(8)-Li(1)-O(5)	70.3(11)
I(6)-Hg(2)-I(3)	116.91(8)	O(1)-Li(1)-O(2)	71.8(11)
I(5)-Hg(2)-I(3)	106.79(7)	O(2)-Li(1)-O(3)	68.4(10)
I(4)-Hg(2)-I(3)	100.56(6)	O(3)-Li(1)-O(4)	68.2(9)
I(7)-Hg(3)-I(8)	144.99(9)		
I(7)-Hg(3)-I(6)	106.90(8)		
I(8)-Hg(3)-I(6)	97.87(7)		
I(7)-Hg(3)-I(5)	104.49(8)		
I(8)-Hg(3)-I(5)	99.85(7)		
I(6)-Hg(3)-I(5)	89.83(6)		

Tabelle 3.1-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [Li(12-krone-4)₂]₂[Hg₃I₈]

Atome	U ¹¹	U ²²	U ³³	U ²³	U ¹³	U ¹²
Hg1	84(1)	98(1)	73(1)	2(1)	-	3(1)
Hg2	88(1)	125(1)	97(1)	-	6(1)	-
Hg3	94(1)	109(1)	106(1)	-	4(1)	-
I1	115(1)	76(1)	86(1)	12(1)	23(1)	13(1)
I2	95(1)	52(1)	73(1)	1(1)	-	8(1)
I3	98(1)	67(1)	116(1)	8(1)	-	19(1)
I4	74(1)	67(1)	84(1)	13(1)	-	0(1)
I5	102(1)	94(1)	68(1)	3(1)	-	5(1)
I6	102(1)	128(1)	98(2)	-	49(1)	20(1)
I7	116(1)	169(2)	104(2)	-	9(2)	7(1)
I8	149(1)	86(1)	101(2)	8(1)	-	8(1)
O1	91(12)	75(10)	88(14)	18(10)	21(10)	2(9)
O2	79(12)	85(11)	93(15)	15(10)	8(10)	17(9)
O3	74(11)	84(10)	72(13)	0(9)	-	3(8)
O4	75(11)	60(9)	96(14)	21(9)	-	17(9)
O5	110(15)	109(14)	130(20)	11(14)	-	2(13)
O6	112(15)	86(12)	113(18)	-	5(11)	5(12)
O7	96(15)	127(16)	140(20)	1(14)	-	24(13)
O8	180(20)	133(17)	105(19)	-	13(14)	0(15)
Li1	80(30)	60(20)	90(30)	50(20)	-	20(20)
Li2	120(50)	50(30)	70(50)	0(3)	0	0

Tabelle 3.2-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Li}(\text{12-krone-4})_2][\text{Hg}_4\text{I}_{10}]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	1867(1)	8018(1)	3456(1)	77(1)
Hg(2)	-524(1)	9281(1)	4376(1)	94(1)
I(3)	8(1)	9844(1)	3425(1)	68(1)
I(4)	-318(1)	7395(1)	4315(1)	66(1)
I(5)	-2486(1)	10209(1)	4950(1)	60(1)
I(6)	668(1)	6976(1)	2729(1)	84(1)
I(7)	4611(1)	8509(1)	3921(1)	78(1)
O(1)	4440(30)	3682(11)	2863(6)	170(7)
O(2)	6884(18)	4747(12)	3264(8)	157(6)
O(3)	4670(19)	5120(9)	3944(5)	132(5)
O(4)	2177(17)	4040(11)	3535(8)	157(7)
O(5)	3740(20)	2076(11)	3632(7)	144(5)
O(6)	3910(30)	3170(16)	4443(8)	197(12)
O(7)	7050(30)	3639(11)	4297(9)	181(8)
O(8)	6820(20)	2524(14)	3480(6)	154(6)
Li(1)	4910(30)	3606(19)	3672(9)	81(7)
C(1)	1850(30)	4158(18)	3012(12)	188(15)
C(2)	2870(40)	3582(16)	2774(13)	204(17)
C(3)	5220(40)	4370(20)	2568(7)	214(19)
C(4)	6600(40)	4550(30)	2807(9)	240(30)
C(5)	6610(40)	5683(19)	3354(12)	191(15)
C(6)	5960(30)	5670(14)	3833(13)	201(17)
C(7)	3230(30)	5539(16)	3816(8)	138(9)
C(8)	2020(30)	4816(17)	3748(12)	176(14)
C(9)	6150(40)	1660(16)	3362(12)	194(14)
C(10)	4790(30)	1690(30)	3465(13)	260(30)
C(11)	3340(50)	2050(40)	4055(11)	420(60)
C(12)	3330(30)	2300(20)	4450(13)	230(20)
C(13)	4990(60)	3350(30)	4813(12)	290(30)
C(14)	6640(50)	3410(30)	4719(10)	330(40)
C(15)	8300(30)	3010(30)	4145(14)	300(30)
C(16)	7860(40)	2800(40)	3752(13)	420(60)

Tabelle 3.2-2 : Bindungslängen (pm) in [Li(12-krone-4)₂] [Hg₄I₁₀]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(6)	262.84(11)	C(1)-C(2)	139(4)
Hg(1)-I(7)	264.03(11)	C(3)-C(4)	131(5)
Hg(1)-I(3)	306.56(10)	C(5)-C(6)	144(4)
Hg(1)-I(4)	318.95(10)	C(7)-C(8)	146(3)
Hg(2)-I(5)	269.72(10)	C(9)-C(10)	119(4)
Hg(2)-I(4)	274.29(11)	C(11)-C(12)	113(5)
Hg(2)-I(3)	277.09(11)	C(13)-C(14)	142(5)
Hg(2)-I(5)#1	309.90(11)	C(15)-C(16)	114(6)
I(5)-Hg(2)#1	309.91(11)		
O(1)-Li(1)	221(3)		
O(2)-Li(1)	263(3)		
O(3)-Li(1)	233(3)		
O(4)-Li(1)	238(3)		
O(5)-Li(1)	242(3)		
O(6)-Li(1)	239(3)		
O(7)-Li(1)	238(3)		
O(8)-Li(1)	232(3)		

Tabelle 3.2-3 : Bindungswinkel (°) in [Li(12-krone-4)₂] [Hg₄I₁₀]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(6)-Hg(1)-I(7)	142.07(4)	I(4)-Hg(2)-I(5)#1	102.79(3)
I(6)-Hg(1)-I(3)	107.93(3)	I(3)-Hg(2)-I(5)#1	107.75(3)
I(7)-Hg(1)-I(3)	101.72(3)	Hg(2)-I(3)-Hg(1)	80.48(3)
I(6)-Hg(1)-I(4)	100.26(3)	Hg(2)-I(4)-Hg(1)	78.69(3)
I(7)-Hg(1)-I(4)	104.41(3)	Hg(2)-I(5)-Hg(2)#1	87.62(3)
I(3)-Hg(1)-I(4)	87.08(3)		
I(5)-Hg(2)-I(4)	125.03(4)		
I(5)-Hg(2)-I(3)	122.30(4)		
I(4)-Hg(2)-I(3)	102.82(3)		
I(5)-Hg(2)-	92.38(3)		
I(5)#1			

Symmetrieoperationen : #1 -x,-y+2,-z+1

Tabelle 3.2-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Li}(\text{12-krone-4})_2][\text{Hg}_4\text{I}_{10}]$

Atome	U^{11}	U^{22}	U^{33}	U^{23}	U^{13}	U^{12}
Hg(1)	78(1)	81(1)	70(1)	-12(1)	-4(1)	6(1)
Hg(2)	128(1)	87(1)	67(1)	-19(1)	13(1)	14(1)
I(3)	89(1)	63(1)	52(1)	2(1)	-6(1)	21(1)
I(4)	71(1)	64(1)	63(1)	-2(1)	7(1)	1(1)
I(5)	50(1)	69(1)	59(1)	-5(1)	-3(1)	8(1)
I(6)	119(1)	73(1)	58(1)	-6(1)	-9(1)	5(1)
I(7)	67(1)	87(1)	80(1)	2(1)	-7(1)	2(1)
O(1)	250(20)	108(11)	140(14)	13(10)	-111(14)	9(12)
O(2)	132(11)	120(13)	220(20)	36(13)	-2(12)	3(9)
O(3)	177(13)	91(9)	120(11)	-7(8)	-41(10)	29(10)
O(4)	112(10)	101(11)	250(20)	75(14)	-38(12)	-11(8)
O(5)	138(12)	156(13)	133(14)	-2(11)	-35(10)	6(10)
O(6)	320(30)	176(19)	106(13)	56(13)	74(17)	160(20)
O(7)	240(20)	120(12)	171(18)	36(12)	-104(16)	-12(12)
O(8)	197(18)	175(17)	93(11)	41(11)	35(11)	48(13)
Li(1)	75(14)	100(18)	67(15)	-9(14)	-12(12)	24(13)
C(1)	160(20)	120(20)	260(30)	30(20)	-150(20)	32(17)
C(2)	230(30)	78(16)	290(40)	20(20)	-150(30)	-13(19)
C(3)	400(50)	200(30)	40(11)	50(16)	30(20)	130(30)
C(4)	290(50)	370(60)	57(16)	10(20)	-40(20)	140(40)
C(5)	180(30)	130(20)	260(40)	80(20)	70(30)	-47(19)
C(6)	150(20)	69(13)	370(50)	50(20)	-80(30)	-65(15)
C(7)	170(20)	123(18)	111(16)	-35(14)	-32(15)	84(17)
C(8)	190(30)	96(18)	260(40)	50(20)	100(30)	24(19)
C(9)	260(40)	86(16)	240(30)	-82(19)	10(30)	60(20)
C(10)	150(30)	430(70)	210(40)	-100(40)	-10(20)	160(40)
C(11)	360(70)	750(160)	160(30)	210(60)	170(40)	70(70)
C(12)	160(20)	200(30)	340(50)	210(30)	150(30)	50(20)
C(13)	570(90)	220(40)	100(20)	30(30)	190(40)	40(50)
C(14)	320(50)	610(100)	53(17)	-20(30)	-100(20)	170(60)
C(15)	56(12)	500(70)	340(50)	210(50)	0(20)	120(30)
C(16)	190(40)	860(150)	200(50)	240(70)	-130(40)	-210(6)

Tabelle 3.3-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Hg}(\text{CN})_2]_{\infty}$ [12-Krone-4] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	U_{eq}
Hg(1)	5000	840(1)	7500	29(1)
Hg(2)	2500	-2500	5000	29(1)
C(1)	6511(9)	918(6)	6739(4)	35(2)
C(2)	3133(9)	-1367(6)	5955(5)	35(2)
N(1)	7364(9)	975(6)	6324(5)	54(2)
N(2)	3459(9)	-761(5)	6466(5)	52(2)
O(11)	3395(5)	2455(4)	6332(3)	37(1)
O(12)	4545(6)	3197(5)	4773(3)	46(1)
C(11)	2020(8)	2639(6)	6486(5)	40(2)
C(12)	3970(8)	3272(6)	3843(5)	43(2)
C(13)	3811(9)	3835(6)	5298(5)	43(2)
C(14)	4187(9)	3423(6)	6236(5)	43(2)

Tabelle 3.3-2 : Bindungslängen (pm) in $[\text{Hg}(\text{CN})_2]_{\infty}$ [12-Krone-4]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-C(1)#1	204.0(7)	O(11)-C(11)	138.7(8)
Hg(1)-C(1)	204.0(7)	O(11)-C(14)	144.7(9)
Hg(2)-C(2)#2	204.2(7)	O(12)-C(13)	142.3(9)
Hg(2)-C(2)	204.2(7)	O(12)-C(12)	142.7(8)
C(1)-N(1)	113.6(10)	C(11)-C(12)#3	149.0(11)
C(2)-N(2)	109.2(9)	C(12)-C(11)#3	149.0(11)
		C(13)-C(14)	151.1(11)

Tabelle 3.3-3 : Bindungswinkel ($^\circ$) in $[\text{Hg}(\text{CN})_2]_{\infty}$ [12-Krone-4]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
C(1)#1-Hg(1)-C(1)	174.5(4)	C(11)-O(11)-C(14)	113.6(6)
C(2)#2-Hg(2)-C(2)	179.999(1)	C(13)-O(12)-C(12)	114.6(6)
N(1)-C(1)-Hg(1)	178.8(8)	O(11)-C(11)-C(12)#3	110.7(6)
N(2)-C(2)-Hg(2)	179.4(8)	O(12)-C(12)-C(11)#3	111.5(6)
		O(12)-C(13)-C(14)	108.5(6)
		O(11)-C(14)-C(13)	111.6(6)

Symmetrieoperationen : #1 -x+1,y,-z+3/2 #2 -x+1/2,-y-1/2,-z+1 #3 -x+1/2,-y+1/2,-z+1

Tabelle 3.3-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Hg}(\text{CN})_2]_{\infty}$ [12-Krone-4]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	29(1)	31(1)	27(1)	0	7(1)	0
Hg(2)	30(1)	29(1)	25(1)	-6(1)	2(1)	-3(1)
C(1)	40(4)	30(3)	34(3)	9(3)	10(3)	5(3)
C(2)	37(4)	30(4)	36(3)	-5(3)	1(3)	-9(3)
N(1)	68(6)	51(4)	52(4)	8(3)	32(4)	1(4)
N(2)	62(5)	45(4)	49(4)	-18(3)	11(4)	-10(4)
O(11)	25(3)	39(3)	48(3)	11(2)	12(2)	4(2)
O(12)	35(3)	63(4)	38(3)	8(3)	6(2)	17(3)
C(11)	30(4)	50(5)	41(4)	0(3)	11(3)	7(3)
C(12)	32(4)	57(5)	41(4)	19(4)	9(3)	6(4)
C(13)	40(5)	39(4)	51(4)	3(3)	12(4)	1(3)
C(14)	34(5)	48(4)	45(4)	-2(4)	4(4)	0(3)

Tabelle 3.4-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cs}(\text{15-Krone-5})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	3684(1)	4046(1)	459(1)	66(1)
Cs(2)	7012(1)	1599(1)	838(1)	61(1)
I(3)	5503(1)	5871(1)	898(1)	63(1)
I(4)	1792(1)	5704(1)	480(1)	71(1)
I(5)	3739(1)	1014(1)	820(1)	72(1)
O(1)	9593(6)	1870(10)	1535(4)	74(2)
O(2)	7856(6)	3646(10)	2039(4)	76(2)
O(3)	6324(7)	1149(12)	2241(4)	87(3)
O(4)	7464(6)	-1366(9)	1619(4)	72(2)
O(5)	9027(6)	-539(9)	684(4)	68(2)
C(1)	9678(9)	3474(15)	1709(6)	77(3)
C(2)	8938(10)	3731(16)	2268(6)	80(4)
C(3)	7091(12)	3548(19)	2543(6)	93(4)
C(4)	6849(13)	1910(20)	2732(6)	100(5)
C(5)	6123(12)	-430(20)	2360(7)	96(4)
C(6)	7079(13)	-1520(18)	2265(7)	101(5)
C(7)	8338(11)	-2325(15)	1483(7)	82(4)
C(8)	8673(11)	-2084(16)	809(7)	92(4)
C(9)	10136(8)	-245(15)	886(5)	64(3)
C(10)	10261(9)	1484(16)	1012(6)	80(4)

Tabelle 3.4-2 : Bindungslängen (pm) in $[\text{Cs}(\text{15-Krone-5})]_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(5)	269.93(9)	I(4)-Cs(2)#1	388.42(10)
Hg(1)-I(4)	270.58(8)	I(5)-Cs(2)#2	417.18(11)
Hg(1)-I(3)	283.74(8)	O(1)-C(10)	140.9(12)
Hg(1)-I(3)#1	300.12(8)	O(1)-C(1)	142.1(14)
Hg(1)-Cs(2)	460.67(8)	O(2)-C(2)	138.9(14)
Cs(2)-O(4)	304.9(7)	O(2)-C(3)	141.9(14)
Cs(2)-O(3)	306.8(9)	O(3)-C(4)	135.1(15)
Cs(2)-O(5)	308.2(7)	O(3)-C(5)	139.4(16)
Cs(2)-O(2)	318.5(8)	O(4)-C(7)	138.0(14)
Cs(2)-O(1)	342.7(8)	O(4)-C(6)	143.3(15)
Cs(2)-C(8)	374.4(13)	O(5)-C(8)	141.6(15)
Cs(2)-C(5)	377.8(15)	O(5)-C(9)	142.4(12)
Cs(2)-I(4)#1	388.42(10)	C(1)-C(2)	150.3(17)
Cs(2)-C(3)	389.9(12)	C(3)-C(4)	148(2)
Cs(2)-I(5)	401.33(10)	C(5)-C(6)	151(2)
Cs(2)-I(3)	409.28(11)	C(7)-C(8)	147.6(18)
Cs(2)-I(5)#2	417.18(11)	C(9)-C(10)	150.9(16)
I(3)-Hg(1)#1	300.12(8)		

Tabelle 3.4-3 : Bindungswinkel (°) in [Cs(15-Krone-5)]₂[Hg₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(5)-Hg(1)-I(4)	120.91(3)	O(3)-Cs(2)-O(1)	83.2(2)
I(5)-Hg(1)-I(3)	115.26(3)	O(5)-Cs(2)-O(1)	50.29(19)
I(4)-Hg(1)-I(3)	111.30(3)	O(2)-Cs(2)-O(1)	50.44(19)
I(5)-Hg(1)-I(3)#1	105.99(3)	I(4)#1-Cs(2)-I(5)	117.31(2)
I(4)-Hg(1)-I(3)#1	107.78(3)	I(4)#1-Cs(2)-I(3)	70.622(19)
I(3)-Hg(1)-I(3)#1	90.68(2)	I(5)-Cs(2)-I(3)	70.466(18)
I(5)-Hg(1)-Cs(2)	60.091(19)	I(4)#1-Cs(2)-I(5)#2	79.61(2)
I(4)-Hg(1)-Cs(2)	168.50(3)	I(5)-Cs(2)-I(5)#2	74.39(2)
I(3)-Hg(1)-Cs(2)	61.38(2)	I(3)-Cs(2)-I(5)#2	114.52(2)
I(3)#1-Hg(1)-Cs(2)	81.891(19)	Hg(1)-I(3)-Hg(1)#1	89.32(2)
O(4)-Cs(2)-O(3)	56.2(2)	Hg(1)-I(3)-Cs(2)	81.13(2)
O(4)-Cs(2)-O(5)	55.2(2)	Hg(1)#1-I(3)-Cs(2)	80.39(2)
O(3)-Cs(2)-O(5)	105.2(2)	Hg(1)-I(4)-Cs(2)#1	87.95(2)
O(4)-Cs(2)-O(2)	89.7(2)	Hg(1)-I(5)-Cs(2)	84.25(2)
O(3)-Cs(2)-O(2)	54.7(2)	Hg(1)-I(5)-Cs(2)#2	106.50(3)
O(5)-Cs(2)-O(2)	99.6(2)	Cs(2)-I(5)-Cs(2)#2	105.61(2)
O(4)-Cs(2)-O(1)	71.57(19)		

Symmetrieoperationen : #1 -x+1,-y+1,-z #2 -x+1,-y,-z

Tabelle 3.3-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [Cs(15-Krone-5)]₂[Hg₂I₆]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	48(1)	71(1)	79(1)	10(1)	15(1)	4(1)
Cs(2)	52(1)	79(1)	53(1)	7(1)	8(1)	9(1)
I(3)	54(1)	86(1)	48(1)	-11(1)	14(1)	-13(1)
I(4)	51(1)	80(1)	83(1)	10(1)	24(1)	14(1)
I(5)	62(1)	73(1)	82(1)	22(1)	6(1)	-3(1)
O(1)	62(4)	83(6)	78(5)	-9(4)	27(4)	-2(4)
O(2)	67(5)	95(6)	65(5)	-6(4)	9(4)	7(4)
O(3)	78(5)	113(8)	70(6)	-9(5)	17(5)	-8(5)
O(4)	62(5)	68(5)	86(6)	18(4)	5(4)	-1(4)
O(5)	48(4)	85(6)	71(5)	-1(4)	1(4)	4(4)
C(1)	61(7)	82(9)	89(9)	-5(7)	-3(7)	-5(6)
C(2)	81(9)	88(10)	70(8)	-17(6)	-9(7)	6(7)
C(3)	88(9)	131(13)	60(8)	-34(8)	23(7)	15(9)
C(4)	95(10)	154(15)	54(8)	6(9)	21(7)	-21(10)
C(5)	84(9)	129(14)	77(9)	6(9)	26(7)	-16(9)
C(6)	113(12)	101(11)	90(11)	30(8)	4(9)	-21(10)
C(7)	76(8)	70(9)	99(11)	10(7)	-9(7)	-5(7)
C(8)	81(9)	74(10)	122(12)	-34(8)	13(8)	8(7)
C(9)	44(5)	92(9)	56(7)	6(6)	20(5)	8(5)
C(10)	52(6)	116(12)	72(8)	5(7)	22(6)	2(6)

Tabelle 3.5-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cs}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	4568(1)	5884(1)	309(1)	47(1)
Cs(1)	-1673(1)	6122(1)	-3375(1)	35(1)
I(1)	3268(1)	4872(1)	-894(1)	46(1)
I(2)	4604(1)	6936(1)	-680(1)	51(1)
I(3)	3909(1)	6045(1)	1758(1)	52(1)
O(1)	182(3)	5499(2)	-4047(2)	39(1)
O(2)	-1232(3)	4664(2)	-3465(2)	42(1)
O(3)	-3388(4)	5195(2)	-4766(2)	45(1)
O(4)	-3241(3)	6531(2)	-5222(2)	44(1)
O(5)	-886(3)	6418(2)	-5085(2)	38(1)
O(6)	-135(3)	7077(2)	-1722(2)	37(1)
O(7)	121(3)	5751(2)	-1552(2)	38(1)
O(8)	-2388(3)	5616(2)	-1863(2)	43(1)
O(9)	-4033(3)	6445(2)	-3165(2)	41(1)
O(10)	-2266(3)	7430(2)	-2638(2)	36(1)
C(1)	669(5)	4974(3)	-3441(4)	42(1)
C(2)	-242(6)	4457(3)	-3688(4)	46(1)
C(3)	-2277(6)	4320(3)	-3914(4)	54(2)
C(4)	-2963(6)	4574(3)	-4844(4)	51(1)
C(5)	-4084(5)	5464(3)	-5609(4)	49(1)
C(6)	-4289(5)	6168(3)	-5490(4)	49(1)
C(7)	-2849(5)	6705(3)	-5936(4)	52(2)
C(8)	-1611(5)	6953(3)	-5525(4)	47(1)
C(9)	255(5)	6555(3)	-4528(3)	37(1)
C(10)	833(5)	6051(3)	-3947(3)	37(1)
C(11)	836(5)	7121(3)	-4522(4)	46(1)
C(12)	1980(6)	7215(3)	-3912(4)	54(2)
C(13)	2526(5)	6729(3)	-3317(4)	54(2)
C(14)	1961(5)	6147(3)	-3337(4)	45(1)
C(21)	997(5)	6775(3)	-1322(4)	43(1)
C(22)	805(5)	6185(3)	-874(3)	44(1)
C(23)	-415(5)	5234(3)	-1240(4)	45(1)
C(24)	-1491(5)	5437(3)	-1043(3)	48(1)
C(25)	-3406(5)	5872(3)	-1734(4)	45(1)
C(26)	-4337(5)	5970(3)	-2633(4)	48(1)
C(27)	-4249(5)	7088(3)	-2972(4)	41(1)
C(28)	-3469(5)	7530(3)	-3240(4)	43(1)
C(29)	-1403(5)	7763(2)	-2813(3)	37(1)
C(30)	-231(5)	7569(2)	-2318(3)	37(1)
C(31)	-1594(6)	8250(3)	-3442(4)	46(1)
C(32)	-635(6)	8552(3)	-3563(4)	53(2)
C(33)	500(6)	8371(3)	-3076(4)	53(2)
C(34)	713(5)	7873(3)	-2450(4)	45(1)

Tabelle 3.5-2 : Bindungslängen (pm) in [Cs(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(2)	271.81(5)	O(7)-C(22)	143.0(7)
Hg(1)-I(3)	272.59(4)	O(7)-C(23)	144.1(7)
Hg(1)-I(1)	291.76(4)	O(8)-C(24)	142.5(6)
Hg(1)-I(1)#1	292.46(4)	O(8)-C(25)	142.9(7)
Cs(1)-O(4)	301.3(3)	O(9)-C(27)	142.6(6)
Cs(1)-O(8)	303.5(4)	O(9)-C(26)	143.8(7)
Cs(1)-O(7)	305.5(3)	O(10)-C(29)	136.8(6)
Cs(1)-O(9)	308.1(4)	O(10)-C(28)	145.2(6)
Cs(1)-O(1)	310.6(4)	C(1)-C(2)	149.5(8)
Cs(1)-O(2)	310.7(4)	C(3)-C(4)	151.8(9)
Cs(1)-O(3)	312.3(4)	C(5)-C(6)	151.7(9)
Cs(1)-O(10)	316.3(4)	C(7)-C(8)	150.4(8)
Cs(1)-O(5)	326.0(4)	C(9)-C(11)	137.6(8)
Cs(1)-O(6)	331.0(4)	C(9)-C(10)	141.5(7)
Cs(1)-C(10)	348.0(5)	C(10)-C(14)	138.6(8)
Cs(1)-C(29)	353.5(5)	C(11)-C(12)	139.9(9)
O(1)-C(10)	137.8(6)	C(12)-C(13)	138.9(10)
O(1)-C(1)	144.4(6)	C(13)-C(14)	139.2(9)
O(2)-C(3)	141.4(7)	C(21)-C(22)	148.6(8)
O(2)-C(2)	143.8(7)	C(23)-C(24)	151.1(8)
O(3)-C(4)	141.8(7)	C(25)-C(26)	149.4(8)
O(3)-C(5)	142.7(7)	C(27)-C(28)	149.2(8)
O(4)-C(6)	141.2(7)	C(29)-C(31)	139.2(8)
O(4)-C(7)	143.3(7)	C(29)-C(30)	142.1(7)
O(5)-C(9)	138.6(6)	C(30)-C(34)	139.2(8)
O(5)-C(8)	144.4(6)	C(31)-C(32)	139.8(9)
O(6)-C(30)	137.9(6)	C(32)-C(33)	137.4(10)
O(6)-C(21)	144.1(6)	C(33)-C(34)	140.2(9)

Tabelle 3.5-3 : Bindungswinkel [°] in [Cs(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(2)-Hg(1)-I(3)	117.693(15)	O(1)-Cs(1)-O(5)	47.53(9)
I(2)-Hg(1)-I(1)	108.671(13)	O(1)-Cs(1)-O(2)	54.17(10)
I(3)-Hg(1)-I(1)	113.304(15)	O(2)-Cs(1)-O(3)	55.97(10)
I(2)-Hg(1)-I(1)#1	115.118(15)	O(4)-Cs(1)-O(3)	56.57(10)
I(3)-Hg(1)-I(1)#1	107.342(14)	O(4)-Cs(1)-O(5)	52.91(10)
I(1)-Hg(1)-I(1)#1	91.908(11)	O(10)-Cs(1)-O(6)	47.07(8)
Hg(1)-I(1)-Hg(1)#1	88.093(11)	O(7)-Cs(1)-O(6)	51.86(9)
		O(8)-Cs(1)-O(7)	57.41(10)
		O(8)-Cs(1)-O(9)	56.47(10)
		O(9)-Cs(1)-O(10)	54.89(9)

Symmetrieoperationen : #1 -x+1, -y+1, -z

Tabelle 3.5-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cs}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	51(1)	44(1)	49(1)	-1(1)	21(1)	1(1)
Cs(1)	36(1)	38(1)	30(1)	-1(1)	12(1)	5(1)
I(1)	34(1)	44(1)	52(1)	-7(1)	4(1)	1(1)
I(2)	54(1)	50(1)	45(1)	4(1)	15(1)	-5(1)
I(3)	58(1)	53(1)	51(1)	-2(1)	27(1)	1(1)
O(1)	38(2)	39(2)	39(2)	4(2)	13(2)	1(2)
O(2)	46(2)	41(2)	46(2)	2(2)	23(2)	4(2)
O(3)	45(2)	44(2)	45(2)	-5(2)	14(2)	-2(2)
O(4)	36(2)	53(2)	38(2)	5(2)	9(2)	0(2)
O(5)	34(2)	39(2)	40(2)	2(2)	11(1)	1(2)
O(6)	30(2)	37(2)	45(2)	2(2)	12(1)	4(1)
O(7)	39(2)	39(2)	36(2)	1(2)	12(1)	7(2)
O(8)	43(2)	45(2)	39(2)	6(2)	15(2)	5(2)
O(9)	39(2)	40(2)	43(2)	-3(2)	13(2)	0(2)
O(10)	31(2)	38(2)	39(2)	5(1)	11(1)	2(1)
C(1)	41(3)	45(3)	44(3)	11(2)	20(2)	10(2)
C(2)	57(4)	39(3)	53(3)	5(2)	31(3)	12(3)
C(3)	52(4)	45(3)	68(4)	5(3)	24(3)	-2(3)
C(4)	51(4)	45(3)	56(3)	-9(3)	18(3)	-8(3)
C(5)	44(3)	59(4)	39(3)	-9(3)	8(2)	-10(3)
C(6)	32(3)	67(4)	44(3)	7(3)	9(2)	6(3)
C(7)	47(3)	67(4)	39(3)	16(3)	13(2)	6(3)
C(8)	44(3)	49(3)	47(3)	18(3)	14(2)	7(3)
C(9)	33(3)	42(3)	37(2)	-3(2)	16(2)	-1(2)
C(10)	35(3)	43(3)	36(2)	-2(2)	17(2)	0(2)
C(11)	48(3)	44(3)	55(3)	1(3)	27(3)	-4(3)
C(12)	43(3)	56(4)	69(4)	-11(3)	30(3)	-15(3)
C(13)	34(3)	73(4)	54(3)	-11(3)	17(2)	-8(3)
C(14)	34(3)	57(3)	45(3)	-2(3)	16(2)	3(2)
C(21)	26(3)	54(3)	48(3)	-5(3)	11(2)	5(2)
C(22)	36(3)	52(3)	40(3)	-1(2)	6(2)	10(2)
C(23)	52(3)	41(3)	39(3)	6(2)	13(2)	11(2)
C(24)	49(3)	55(3)	37(3)	7(2)	14(2)	-1(3)
C(25)	45(3)	44(3)	56(3)	3(2)	30(3)	0(2)
C(26)	41(3)	42(3)	59(3)	-2(3)	17(3)	-5(2)
C(27)	31(3)	41(3)	50(3)	0(2)	16(2)	3(2)
C(28)	30(3)	43(3)	51(3)	5(2)	9(2)	8(2)
C(29)	42(3)	30(2)	43(2)	-4(2)	18(2)	-2(2)
C(30)	36(3)	36(3)	39(2)	-7(2)	15(2)	-3(2)
C(31)	50(3)	35(3)	51(3)	-2(2)	17(2)	0(2)
C(32)	68(4)	42(3)	58(3)	-1(3)	32(3)	-11(3)
C(33)	57(4)	46(3)	65(4)	-5(3)	33(3)	-15(3)
C(34)	40(3)	44(3)	57(3)	-10(3)	24(2)	-6(2)

Tabelle 3.5-5 : Torsionswinkel [°] in [Cs(B-15-K-5)₂][Hg₂I₆]

Atome	Torsions- winkel	Atome	Torsions- winkel
O(1)-C(1)-C(2)-O(2)	-68.3(5)	O(7)-C(23)-C(24)-O(8)	66.4(6)
C(1)-C(2)-O(2)-C(3)	160.9(5)	C(23)-C(24)-O(8)-C(25)	-174.6(5)
C(2)-O(2)-C(3)-C(4)	-84.5(6)	C(24)-O(8)-C(25)-C(26)	-173.3(5)
O(2)-C(3)-C(4)-O(3)	-66.1(7)	O(8)-C(25)-C(26)-O(9)	-65.0(6)
C(3)-C(4)-O(3)-C(5)	-177.8(5)	C(25)-C(26)-O(9)-C(27)	-82.4(6)
C(4)-O(3)-C(5)-C(6)	-168.5(5)	C(26)-O(9)-C(27)-C(28)	155.7(4)
O(3)-C(5)-C(6)-O(4)	64.6(6)	O(9)-C(27)-C(28)-O(10)	-69.2(5)
C(5)-C(6)-O(4)-C(7)	81.0(6)	C(27)-C(28)-O(10)-C(29)	175.7(4)
		C(28)-O(10)-C(29)-C(30)	-168.8(4)
C(6)-O(4)-C(7)-C(8)	-167.5(5)	O(10)-C(29)-C(30)-O(6)	-0.9(6)
O(4)-C(7)-C(8)-O(5)	67.1(6)	C(29)-C(30)-O(6)-C(21)	168.6(4)
C(7)-C(8)-O(5)-C(9)	-169.1(4)	C(30)-O(6)-C(21)-C(22)	-168.1(4)
C(8)-O(5)-C(9)-C(10)	165.0(4)		
O(5)-C(9)-C(10)-O(1)	2.0(6)		
C(9)-C(10)-O(1)-C(1)	-175.9(4)		
C(10)-O(1)-C(1)-C(2)	177.9(4)		
O(6)-C(21)-C(22)-O(7)	67.2(5)		
C(21)-C(22)-O(7)-C(23)	-163.9(4)		
C(22)-O(7)-C(23)-C(24)	76.8(5)		

Symmetrieoperationen : #1 -x+1,-y+1,-z

Tabelle 3.6-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{B}-15-\text{K}-5)_2][\text{Cd}_2\text{I}_6]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Cd(1)	4565(1)	5860(1)	265(1)	55(1)
K(1)	-1704(1)	6079(1)	-3411(1)	46(1)
I(1)	3321(1)	4850(1)	-905(1)	68(1)
I(2)	4586(1)	6891(1)	-783(1)	73(1)
I(3)	3858(1)	6097(1)	1724(1)	86(1)
O(1)	122(3)	5563(2)	-3957(3)	63(1)
O(2)	-1260(4)	4742(2)	-3426(3)	62(1)
O(3)	-3344(3)	5274(2)	-4691(3)	67(1)
O(4)	-3099(3)	6575(2)	-5152(3)	65(1)
O(5)	-845(3)	6474(2)	-4974(3)	62(1)
O(6)	-120(3)	7045(2)	-1976(3)	63(1)
O(7)	106(3)	5765(2)	-1683(2)	61(1)
O(8)	-2293(4)	5616(2)	-1951(3)	66(1)
O(9)	-3843(3)	6441(2)	-3256(3)	59(1)
O(10)	-2174(3)	7385(2)	-2816(2)	55(1)
C(1)	605(6)	5001(3)	-3447(4)	69(2)
C(2)	-338(6)	4524(3)	-3710(5)	75(2)
C(3)	-2315(6)	4412(3)	-3811(5)	81(2)
C(4)	-3016(6)	4641(3)	-4762(5)	80(2)
C(5)	-3958(5)	5544(3)	-5569(4)	77(2)
C(6)	-4143(5)	6224(3)	-5453(5)	78(2)
C(7)	-2701(6)	6748(3)	-5867(4)	78(2)
C(8)	-1510(6)	6997(3)	-5460(5)	72(2)
C(9)	302(5)	6560(3)	-4517(4)	54(1)
C(10)	826(5)	6065(3)	-3947(4)	56(1)
C(11)	911(6)	7089(3)	-4588(5)	83(2)
C(12)	2065(8)	7123(4)	-4081(7)	109(3)
C(13)	2594(7)	6637(5)	-3492(6)	105(3)
C(14)	1990(6)	6109(4)	-3421(5)	79(2)
C(21)	992(5)	6772(3)	-1541(4)	67(2)
C(22)	808(5)	6202(3)	-1032(4)	70(2)
C(23)	-380(6)	5275(3)	-1292(4)	73(2)
C(24)	-1421(6)	5479(3)	-1102(4)	80(2)
C(25)	-3330(6)	5836(3)	-1834(5)	79(2)
C(26)	-4185(6)	5955(3)	-2747(5)	75(2)
C(27)	-4060(5)	7066(3)	-3010(5)	65(2)
C(28)	-3345(4)	7515(2)	-3336(4)	58(1)
C(29)	-1348(5)	7751(2)	-2988(4)	49(1)
C(30)	-221(5)	7563(2)	-2532(4)	52(1)
C(31)	-1553(6)	8271(3)	-3557(4)	69(2)
C(32)	-628(8)	8601(3)	-3655(5)	85(2)
C(33)	459(8)	8425(3)	-3226(5)	85(2)
C(34)	679(6)	7898(3)	-2649(5)	71(2)

Tabelle 3.6-2 : Bindungslängen (pm) in [K(B-15-K-5)₂][Cd₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cd(1)-I(2)	272.55(6)	O(7)-C(22)	142.6(7)
Cd(1)-I(3)	272.76(6)	O(7)-C(23)	143.4(7)
Cd(1)-I(1)	288.77(6)	O(8)-C(24)	141.8(7)
Cd(1)-I(1)#1	289.44(6)	O(8)-C(25)	143.8(7)
K(1)-O(8)	277.5(4)	O(9)-C(27)	142.8(6)
K(1)-O(9)	285.4(4)	O(9)-C(26)	144.3(7)
K(1)-O(4)	285.8(4)	O(10)-C(29)	138.4(6)
K(1)-O(3)	287.0(4)	O(10)-C(28)	143.0(6)
K(1)-O(2)	288.8(4)	C(1)-C(2)	149.5(9)
K(1)-O(1)	289.1(4)	C(3)-C(4)	151.1(9)
K(1)-O(7)	292.4(4)	C(5)-C(6)	148.0(9)
K(1)-O(10)	303.4(4)	C(7)-C(8)	149.4(9)
K(1)-O(5)	306.7(4)	C(9)-C(11)	137.7(8)
K(1)-O(6)	316.4(4)	C(9)-C(10)	138.1(8)
O(1)-C(10)	137.4(6)	C(10)-C(14)	140.2(8)
O(1)-C(1)	144.3(6)	C(11)-C(12)	138.4(11)
O(2)-C(3)	142.6(7)	C(12)-C(13)	138.3(12)
O(2)-C(2)	143.5(7)	C(13)-C(14)	137.2(10)
O(3)-C(4)	141.7(7)	C(21)-C(22)	150.0(8)
O(3)-C(5)	142.9(7)	C(23)-C(24)	148.5(8)
O(4)-C(7)	140.3(7)	C(25)-C(26)	147.2(9)
O(4)-C(6)	142.9(7)	C(27)-C(28)	150.1(7)
O(5)-C(9)	137.2(6)	C(29)-C(31)	137.8(7)
O(5)-C(8)	143.3(6)	C(29)-C(30)	139.5(7)
O(6)-C(30)	137.2(6)	C(30)-C(34)	138.7(7)
O(6)-C(21)	143.8(6)	C(31)-C(32)	139.6(9)
		C(32)-C(33)	134.0(10)
		C(33)-C(34)	139.7(9)

Tabelle 3.6-3: Bindungswinkel [°] in [K(B-15-K-5)₂][Cd₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(2)-Cd(1)-I(3)	114.38(2)	O(10)-K(1)-O(6)	48.42(9)
I(2)-Cd(1)-I(1)	109.498(19)	O(7)-K(1)-O(6)	53.50(10)
I(3)-Cd(1)-I(1)	113.51(2)	O(8)-K(1)-O(7)	60.78(12)
I(2)-Cd(1)-I(1)#1	115.418(18)	O(8)-K(1)-O(9)	61.12(11)
I(3)-Cd(1)-I(1)#1	108.88(2)	O(9)-K(1)-O(10)	56.57(10)
I(1)-Cd(1)-I(1)#1	93.445(15)	O(1)-K(1)-O(5)	49.93(10)
Cd(1)-I(1)-Cd(1)#1	86.555(15)	O(4)-K(1)-O(5)	54.72(11)
		O(4)-K(1)-O(3)	60.54(12)
		O(3)-K(1)-O(2)	60.30(12)
		O(2)-K(1)-O(1)	57.01(11)

Symmetrieoperationen :

#1 -x+1, -y+1, -z

Tabelle 3.6-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{B}-15\text{-K}-5)_2][\text{Cd}_2\text{I}_6]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cd(1)	55(1)	55(1)	53(1)	-2(1)	17(1)	0(1)
K(1)	53(1)	49(1)	38(1)	1(1)	16(1)	6(1)
I(1)	49(1)	60(1)	78(1)	-10(1)	-3(1)	1(1)
I(2)	85(1)	70(1)	61(1)	8(1)	19(1)	-12(1)
I(3)	109(1)	91(1)	73(1)	-2(1)	50(1)	4(1)
O(1)	61(3)	67(3)	62(3)	17(2)	21(2)	15(2)
O(2)	87(3)	54(2)	54(2)	0(2)	35(2)	8(2)
O(3)	70(3)	65(3)	63(3)	-17(2)	21(2)	-11(2)
O(4)	60(3)	81(3)	47(2)	7(2)	10(2)	5(2)
O(5)	62(3)	54(2)	65(3)	11(2)	16(2)	-2(2)
O(6)	40(2)	63(2)	84(3)	13(2)	17(2)	9(2)
O(7)	74(3)	61(2)	43(2)	0(2)	11(2)	18(2)
O(8)	87(3)	68(3)	51(2)	10(2)	32(2)	12(2)
O(9)	55(2)	61(2)	59(3)	-8(2)	15(2)	2(2)
O(10)	44(2)	51(2)	63(2)	14(2)	7(2)	6(2)
C(1)	83(5)	74(4)	61(4)	16(3)	38(4)	33(4)
C(2)	118(6)	58(4)	65(4)	9(3)	52(4)	28(4)
C(3)	112(6)	54(4)	93(6)	-5(4)	55(5)	-14(4)
C(4)	90(5)	68(4)	88(5)	-23(4)	37(4)	-26(4)
C(5)	62(4)	108(6)	55(4)	-22(4)	11(3)	-11(4)
C(6)	50(4)	103(5)	65(4)	-1(4)	-3(3)	6(4)
C(7)	87(5)	89(5)	52(4)	25(3)	16(4)	19(4)
C(8)	91(5)	62(4)	71(4)	23(3)	37(4)	11(3)
C(9)	53(4)	64(4)	51(3)	-13(3)	27(3)	-13(3)
C(10)	53(4)	79(4)	43(3)	-12(3)	25(3)	-5(3)
C(11)	83(5)	72(4)	103(6)	-14(4)	43(5)	-22(4)
C(12)	91(7)	103(7)	146(9)	-39(6)	59(6)	-40(5)
C(13)	54(5)	149(8)	111(7)	-41(6)	28(5)	-27(5)
C(14)	61(4)	115(6)	64(4)	-10(4)	24(3)	8(4)
C(21)	46(3)	74(4)	70(4)	-19(3)	7(3)	12(3)
C(22)	69(4)	74(4)	51(4)	-4(3)	-2(3)	27(3)
C(23)	109(6)	61(4)	42(4)	16(3)	16(3)	23(4)
C(24)	106(6)	91(5)	43(4)	15(3)	26(4)	6(4)
C(25)	96(5)	72(4)	88(5)	11(4)	57(5)	-1(4)
C(26)	69(5)	65(4)	98(6)	-6(4)	36(4)	-9(3)
C(27)	48(4)	68(4)	79(4)	-8(3)	22(3)	7(3)
C(28)	49(3)	55(3)	64(4)	4(3)	11(3)	19(3)
C(29)	57(3)	41(3)	49(3)	2(2)	16(3)	-2(2)
C(30)	58(4)	37(3)	63(4)	-11(3)	22(3)	-7(2)
C(31)	86(5)	47(3)	72(4)	6(3)	24(4)	0(3)
C(32)	128(7)	62(4)	72(5)	7(4)	42(5)	-20(5)
C(33)	107(6)	71(5)	95(6)	-14(4)	58(5)	-32(4)
C(34)	71(4)	71(4)	82(5)	-23(4)	40(4)	-17(3)

Tabelle 3.6-5 Torsionswinkel [°] in [K(B-15-K-5)₂][Cd₂I₆]

Atome	Torsions- winkel	Atome	Torsions- winkel
O(1)-C(1)-C(2)-O(2)	-62.7(6)	C(21)-C(22)-O(7)-C(23)	-165.0(5)
C(1)-C(2)-O(2)-C(3)	166.3(5)	C(22)-O(7)-C(23)-C(24)	81.4(6)
C(2)-O(2)-C(3)-C(4)	-82.7(6)	O(7)-C(23)-C(24)-O(8)	65.3(7)
O(2)-C(3)-C(4)-O(3)	-64.7(7)	C(23)-C(24)-O(8)-C(25)	-178.3(5)
C(3)-C(4)-O(3)-C(5)	176.6(5)	C(24)-O(8)-C(25)-C(26)	-179.1(5)
C(4)-O(3)-C(5)-C(6)	-172.9(5)	O(8)-C(25)-C(26)-O(9)	-62.2(7)
O(3)-C(5)-C(6)-O(4)	65.5(7)	C(25)-C(26)-O(9)-C(27)	-82.4(6)
C(5)-C(6)-O(4)-C(7)	82.8(7)	C(26)-O(9)-C(27)-C(28)	161.7(5)
C(6)-O(4)-C(7)-C(8)	-169.1(5)	O(9)-C(27)-C(28)-O(10)	-66.0(6)
O(4)-C(7)-C(8)-O(5)	63.7(6)	C(27)-C(28)-O(10)-C(29)	-179.0(4)
C(7)-C(8)-O(5)-C(9)	-179.7(5)	C(28)-O(10)-C(29)-C(30)	-173.7(4)
C(8)-O(5)-C(9)-C(10)	169.6(5)	O(10)-C(29)-C(30)-O(6)	-0.7(6)
O(5)-C(9)-C(10)-O(1)	2.2(6)	C(29)-C(30)-O(6)-C(21)	174.1(5)
C(9)-C(10)-O(1)-C(1)	174.8(5)	C(30)-O(6)-C(21)-C(22)	-177.0(5)
C(10)-O(1)-C(1)-C(2)	-172.1(4)		
O(6)-C(21)-C(22)-O(7)	62.8(6)		

Symmetrieoperationen :

#1 -x+1, -y+1, -z

Tabelle 3.7-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_5]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	U_{eq}
Hg(1)	-308(1)	6577(1)	451(1)	107(1)
Hg(2)	-3591(1)	6043(1)	33(1)	109(1)
I(3)	1036(1)	5452(1)	1282(1)	66(1)
I(4)	615(1)	8715(1)	776(1)	86(1)
I(5)	-5520(1)	6425(1)	976(1)	99(1)
I(6)	-2844(1)	7106(1)	-1113(1)	83(1)
I(7)	-2058(1)	6554(1)	1700(1)	67(1)
K(1)	3198(2)	7624(2)	6383(2)	49(1)
O(1)	1039(9)	6291(9)	5125(7)	66(3)
O(2)	2922(8)	5825(7)	4372(6)	55(2)
O(3)	3689(8)	5606(8)	6176(8)	65(3)
O(4)	2947(10)	6966(9)	8008(8)	76(3)
O(5)	1046(8)	6833(8)	7002(7)	59(2)
O(6)	4175(8)	8732(8)	5081(7)	56(2)
O(7)	5362(8)	7742(8)	5862(8)	67(3)
O(8)	4958(9)	9056(8)	7877(8)	69(3)
O(9)	2884(9)	9565(8)	8058(7)	59(2)
O(10)	2855(8)	9653(8)	6190(7)	62(2)
C(30)	3318(13)	8796(10)	4571(10)	55(4)
C(1)	1129(11)	5928(12)	4053(10)	54(3)
C(2)	1885(13)	5176(12)	3820(11)	66(4)
C(3)	3578(12)	5096(13)	4393(12)	64(4)
C(4)	3371(14)	4667(12)	5182(12)	71(4)
C(5)	3490(14)	5275(14)	6982(14)	75(5)
C(6)	3678(14)	6303(16)	7972(14)	77(5)
C(7)	1862(17)	6554(15)	8256(13)	89(6)
C(8)	1115(14)	7167(15)	8055(11)	74(5)
C(9)	410(12)	7265(12)	6626(12)	65(4)
C(10)	367(10)	6951(11)	5561(13)	58(4)
C(11)	-233(11)	7961(13)	7162(14)	72(5)
C(12)	-864(13)	8329(16)	6686(18)	100(7)
C(13)	-875(12)	8028(14)	5679(18)	81(6)
C(14)	-274(13)	7316(15)	5074(14)	78(5)
C(21)	4943(14)	8183(13)	4500(12)	70(4)
C(22)	5819(12)	8321(13)	5283(13)	68(4)
C(23)	6015(10)	8053(15)	6780(14)	75(5)
C(24)	6034(13)	9121(16)	7600(14)	77(5)
C(25)	4813(16)	10086(15)	8609(13)	87(6)
C(26)	3667(15)	9906(14)	8889(11)	71(4)
C(27)	2699(15)	10536(14)	7957(11)	75(5)
C(28)	2138(12)	10122(12)	6884(11)	58(3)
C(29)	2584(12)	9295(11)	5172(11)	56(4)
C(31)	1671(15)	9415(13)	4752(12)	74(5)
C(32)	1522(16)	9013(15)	3660(14)	80(5)
C(33)	2209(17)	8522(13)	3101(12)	74(5)
C(34)	3136(14)	8394(12)	3529(11)	66(4)

Tabelle 3.7-2 : Bindungslängen (pm) in [K(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₅]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(4)	262.76(12)	O(5)-C(8)	140.0(17)
Hg(1)-I(3)#1	274.27(12)	O(6)-C(30)	135.0(17)
Hg(1)-I(7)	289.33(13)	O(6)-C(21)	143.3(19)
Hg(1)-I(3)	304.93(15)	O(7)-C(22)	140.5(16)
Hg(2)-I(6)	264.88(14)	O(7)-C(23)	140.8(19)
Hg(2)-I(7)	282.68(14)	O(8)-C(25)	140(2)
Hg(2)-I(5)	287.57(16)	O(8)-C(24)	142(2)
Hg(2)-I(5)#2	288.24(14)	O(9)-C(26)	139.5(17)
I(3)-Hg(1)#1	274.27(12)	O(9)-C(27)	142.9(18)
I(5)-Hg(2)#2	288.24(14)	O(10)-C(29)	136.2(16)
		O(10)-C(28)	141.9(17)
K(1)-O(8)	277.3(10)	C(30)-C(34)	137.4(19)
K(1)-O(3)	279.5(10)	C(30)-C(29)	138(2)
K(1)-O(9)	283.3(10)	C(21)-C(22)	150(2)
K(1)-O(4)	283.7(10)	C(23)-C(24)	142(2)
K(1)-O(2)	284.9(9)	C(25)-C(26)	151(2)
K(1)-O(7)	284.9(11)	C(27)-C(28)	152(2)
K(1)-O(10)	295.3(10)	C(29)-C(31)	138(2)
K(1)-O(6)	296.3(9)	C(31)-C(32)	144(2)
K(1)-O(1)	296.8(11)	C(32)-C(33)	131(3)
K(1)-O(5)	297.5(10)	C(33)-C(34)	140(2)
		C(10)-C(14)	136(2)
O(1)-C(10)	134.8(16)	C(10)-C(9)	142(2)
O(1)-C(1)	144.1(16)	C(1)-C(2)	149(2)
O(2)-C(2)	140.2(16)	C(3)-C(4)	148(2)
O(2)-C(3)	143.1(17)	C(5)-C(6)	148(2)
O(3)-C(5)	141.9(18)	C(7)-C(8)	149(3)
O(3)-C(4)	142.8(18)	C(9)-C(11)	138.3(19)
O(4)-C(6)	141(2)	C(11)-C(12)	135(3)
O(4)-C(7)	146(2)	C(12)-C(13)	135(3)
O(5)-C(9)	132.6(19)	C(13)-C(14)	139(2)

Tabelle 3.7-3 :
Bindungswinkel [°] in [K(benzo-15-Krone-5)₂][Hg₂I₅]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(4)-Hg(1)-I(3)#1	133.40(5)	O(1)-K(1)-O(5)	50.0(3)
I(4)-Hg(1)-I(7)	108.81(5)	O(2)-K(1)-O(1)	56.3(3)
I(3)#1-Hg(1)-I(7)	104.20(4)	O(3)-K(1)-O(2)	62.6(3)
I(4)-Hg(1)-I(3)	116.57(5)	O(3)-K(1)-O(4)	60.8(3)
I(3)#1-Hg(1)-I(3)	89.70(3)	O(4)-K(1)-O(5)	56.1(3)
I(7)-Hg(1)-I(3)	97.99(4)	O(10)-K(1)-O(6)	50.4(3)
I(6)-Hg(2)-I(7)	113.57(4)	O(7)-K(1)-O(6)	56.0(3)
I(6)-Hg(2)-I(5)	119.06(6)	O(8)-K(1)-O(7)	60.8(3)
I(7)-Hg(2)-I(5)	102.86(5)	O(8)-K(1)-O(9)	61.5(3)
I(6)-Hg(2)-I(5)#2	117.54(6)	O(9)-K(1)-O(10)	57.0(3)
I(7)-Hg(2)-I(5)#2	107.36(5)		
I(5)-Hg(2)-I(5)#2	93.89(4)		
Hg(1)#1-I(3)-Hg(1)	90.30(3)		
Hg(2)-I(5)-Hg(2)#2	86.11(4)		
Hg(2)-I(7)-Hg(1)	90.27(4)		

Symmetrioperationen :

#1 -x,-y+1,-z #2 -x-1,-y+1,-z

Tabelle 3.7-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Hg}_2\text{I}_5]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	116(1)	56(1)	125(1)	24(1)	50(1)	10(1)
Hg(2)	84(1)	121(1)	122(1)	71(1)	-9(1)	-8(1)
I(3)	75(1)	66(1)	47(1)	16(1)	-13(1)	21(1)
I(4)	120(1)	57(1)	62(1)	23(1)	-6(1)	1(1)
I(5)	81(1)	62(1)	109(1)	-1(1)	27(1)	12(1)
I(6)	104(1)	95(1)	62(1)	37(1)	10(1)	42(1)
I(7)	85(1)	65(1)	63(1)	37(1)	18(1)	24(1)
K(1)	53(2)	45(1)	49(2)	23(1)	3(1)	7(1)
O(1)	78(7)	75(6)	47(5)	26(5)	9(5)	28(5)
O(2)	62(6)	47(5)	47(5)	17(4)	5(4)	6(4)
O(3)	64(6)	58(5)	88(7)	49(6)	6(5)	10(5)
O(4)	80(8)	81(7)	66(6)	43(6)	-4(6)	0(6)
O(5)	58(6)	76(6)	52(5)	26(5)	17(5)	35(5)
O(6)	64(6)	70(6)	48(5)	32(5)	6(5)	28(5)
O(7)	54(6)	60(6)	94(7)	46(6)	6(6)	8(5)
O(8)	68(7)	58(6)	73(7)	28(5)	-11(5)	8(5)
O(9)	82(7)	55(5)	52(5)	30(4)	17(5)	25(5)
O(10)	65(6)	67(6)	57(6)	27(5)	6(5)	25(5)
C(1)	44(7)	63(8)	51(7)	18(6)	-4(6)	18(6)
C(2)	77(11)	59(8)	53(8)	20(7)	-8(8)	12(8)
C(3)	54(9)	73(9)	72(10)	35(8)	22(8)	24(7)
C(4)	73(11)	51(8)	82(11)	21(8)	1(9)	22(7)
C(5)	64(10)	75(10)	119(14)	67(11)	12(9)	30(8)
C(6)	58(10)	113(14)	90(12)	73(12)	1(8)	23(9)
C(7)	122(17)	78(11)	63(10)	44(9)	7(10)	-3(11)
C(8)	77(12)	89(11)	56(9)	38(8)	33(8)	9(9)
C(9)	44(8)	61(8)	68(9)	15(7)	31(7)	-1(7)
C(10)	30(7)	44(7)	92(11)	21(7)	5(7)	10(5)
C(11)	28(7)	79(10)	104(12)	28(9)	2(8)	29(7)
C(12)	40(10)	85(12)	120(17)	3(12)	27(11)	-3(8)
C(13)	40(8)	65(9)	145(18)	38(11)	16(10)	36(7)
C(14)	57(10)	80(11)	86(12)	32(9)	-2(9)	10(8)
C(21)	93(13)	66(9)	61(9)	39(8)	20(9)	16(8)
C(22)	52(9)	64(9)	105(12)	55(9)	17(9)	9(7)
C(23)	17(7)	101(13)	119(14)	59(11)	-5(7)	17(6)
C(24)	48(10)	94(12)	89(12)	50(10)	-19(8)	-1(8)
C(25)	104(15)	69(10)	65(10)	12(8)	-34(10)	14(10)
C(26)	96(13)	69(9)	44(8)	18(7)	-9(8)	28(9)
C(27)	103(13)	70(10)	50(8)	18(7)	4(8)	35(9)
C(28)	58(9)	60(8)	69(9)	38(7)	3(7)	21(7)
C(29)	58(9)	51(7)	62(9)	33(7)	-15(7)	6(6)
C(30)	80(10)	36(6)	43(7)	16(5)	-3(7)	7(6)
C(31)	89(12)	64(9)	69(10)	35(8)	-10(9)	9(8)
C(32)	82(13)	79(11)	84(12)	56(10)	-25(10)	-4(9)
C(33)	104(15)	54(9)	51(9)	20(7)	-11(9)	5(9)
C(34)	78(11)	55(8)	59(9)	27(7)	0(8)	4(7)

Tabelle 3.8-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Cd(1)	4839(1)	7543(1)	103(1)	44(1)
K(1)	1603(1)	1810(1)	1696(1)	47(1)
S(1)	1087(1)	5977(1)	-429(1)	64(1)
S(2)	1046(1)	8676(1)	-779(1)	55(1)
S(3)	3530(1)	7814(1)	1158(1)	50(1)
C(1)	2477(3)	6275(2)	-254(2)	43(1)
C(2)	2458(3)	8508(2)	-574(1)	44(1)
C(3)	2165(3)	7759(2)	861(1)	41(1)
N(1)	3445(2)	6459(2)	-143(2)	63(1)
N(2)	3454(3)	8397(2)	-431(1)	60(1)
N(3)	1198(2)	7723(2)	662(1)	51(1)
O(1)	184(2)	3215(2)	1113(1)	55(1)
O(2)	2416(2)	2916(2)	636(1)	59(1)
O(3)	3537(2)	3024(1)	1838(1)	55(1)
O(4)	1995(2)	2541(2)	2849(1)	56(1)
O(5)	-43(2)	3069(1)	2253(1)	51(1)
O(6)	-332(2)	404(2)	1747(1)	65(1)
O(7)	1204(3)	269(2)	2578(1)	77(1)
O(8)	528(3)	991(2)	649(1)	83(1)
O(9)	3476(3)	790(2)	2225(2)	98(1)
O(10)	3045(3)	834(2)	947(2)	112(1)
C(11)	391(3)	3339(3)	479(2)	64(1)
C(12)	1684(3)	3608(3)	428(2)	62(1)
C(13)	3640(3)	3163(3)	757(2)	66(1)
C(14)	3776(3)	3617(2)	1358(2)	64(1)
C(15)	3618(4)	3422(2)	2423(2)	65(1)
C(16)	3240(3)	2781(2)	2899(2)	68(1)
C(17)	1193(4)	3159(2)	3115(2)	62(1)
C(18)	-69(3)	2972(2)	2901(1)	55(1)
C(19)	-1091(3)	2965(2)	1938(2)	47(1)
C(20)	-961(3)	3034(2)	1306(2)	49(1)
C(21)	-2218(3)	2800(2)	2184(2)	58(1)
C(22)	-3203(3)	2688(3)	1802(2)	78(1)
C(23)	-3076(3)	2737(3)	1181(2)	85(1)
C(24)	-1950(3)	2908(3)	928(2)	70(1)
C(31)	2161(5)	296(3)	3009(2)	89(2)
C(32)	3286(5)	110(3)	2656(3)	108(2)
C(33)	4370(6)	753(5)	1674(6)	281(9)
C(34)	3991(7)	293(5)	1341(6)	297(10)
C(35)	2473(7)	318(3)	505(3)	136(3)
C(36)	1455(6)	820(4)	241(2)	118(2)
C(37)	-338(4)	305(3)	695(2)	83(1)
C(38)	-1098(4)	476(3)	1231(2)	71(1)
C(39)	-803(4)	500(2)	2317(2)	59(1)
C(40)	63(4)	428(2)	2781(2)	68(1)
C(41)	-1995(4)	672(2)	2452(2)	79(1)
C(42)	-2363(6)	780(3)	3044(3)	109(2)
C(43)	-1520(7)	711(3)	3496(3)	110(2)
C(44)	-318(6)	540(3)	3378(2)	92(2)

Tabelle 3.8-2: Bindungslängen (pm) in [K(benzo-15-Krone-5)₂][Cd(SCN)₃]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cd(1)-N(3)#1	229.1(3)	O(4)-C(17)	142.5(4)
Cd(1)-N(2)	233.3(3)	O(4)-C(16)	142.9(4)
Cd(1)-N(1)	233.4(3)	O(5)-C(19)	136.1(4)
Cd(1)-S(2)#1	273.84(9)	O(5)-C(18)	143.3(3)
Cd(1)-S(1)#1	275.62(9)	O(6)-C(39)	136.7(4)
Cd(1)-S(3)	276.61(8)	O(6)-C(38)	142.0(4)
K(1)-O(10)	273.9(3)	O(7)-C(40)	136.0(5)
K(1)-O(4)	280.9(2)	O(7)-C(31)	142.3(5)
K(1)-O(9)	284.7(3)	O(8)-C(36)	138.8(6)
K(1)-O(3)	285.6(2)	O(8)-C(37)	142.7(4)
K(1)-O(8)	288.0(3)	O(9)-C(32)	142.6(6)
K(1)-O(5)	292.6(2)	O(9)-C(33)	156.6(12)
K(1)-O(1)	296.1(2)	O(10)-C(35)	140.4(8)
K(1)-O(2)	302.0(3)	O(10)-C(34)	159.3(12)
K(1)-O(6)	304.3(3)	C(11)-C(12)	149.3(5)
K(1)-O(7)	309.3(3)	C(13)-C(14)	150.2(6)
K(1)-C(33)	346.5(6)	C(15)-C(16)	149.6(5)
K(1)-C(19)	350.8(3)	C(17)-C(18)	149.9(5)
S(1)-C(1)	165.1(3)	C(19)-C(21)	138.3(4)
S(1)-Cd(1)#2	275.63(9)	C(19)-C(20)	140.1(5)
S(2)-C(2)	164.6(3)	C(20)-C(24)	138.8(5)
S(2)-Cd(1)#2	273.84(9)	C(21)-C(22)	138.7(6)
S(3)-C(3)	164.6(3)	C(22)-C(23)	137.4(6)
C(1)-N(1)	113.2(4)	C(23)-C(24)	138.9(6)
C(2)-N(2)	115.7(4)	C(31)-C(32)	149.3(7)
C(3)-N(3)	115.7(4)	C(33)-C(34)	110.1(14)
N(3)-Cd(1)#2	229.1(3)	C(35)-C(36)	148.2(9)
O(1)-C(20)	136.3(4)	C(37)-C(38)	147.1(6)
O(1)-C(11)	142.6(4)	C(39)-C(41)	137.6(6)
O(2)-C(12)	141.3(4)	C(39)-C(40)	140.3(6)
O(2)-C(13)	143.1(4)	C(40)-C(44)	139.0(6)
O(3)-C(14)	142.0(4)	C(41)-C(42)	137.4(7)
O(3)-C(15)	142.7(4)	C(42)-C(43)	136.6(9)
		C(43)-C(44)	138.0(8)

Tabelle 3.8-3: Bindungswinkel [°] in [K(benzo-15-Krone-5)₂][Cd(SCN)₃]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
N(3)#1-Cd(1)-N(2)	99.29(10)	O(5)-K(1)-O(1)	50.92(6)
N(3)#1-Cd(1)-N(1)	97.82(10)	O(1)-K(1)-O(2)	54.09(6)
N(2)-Cd(1)-N(1)	81.47(11)	O(3)-K(1)-O(2)	59.60(7)
N(3)#1-Cd(1)-S(2)#1	87.56(7)	O(4)-K(1)-O(3)	61.56(7)
N(2)-Cd(1)-S(2)#1	167.84(7)	O(4)-K(1)-O(5)	56.81(6)
N(1)-Cd(1)-S(2)#1	87.68(8)		
N(3)#1-Cd(1)-S(1)#1	90.58(7)		
N(2)-Cd(1)-S(1)#1	89.70(8)		
N(1)-Cd(1)-S(1)#1	168.67(6)		
S(2)#1-Cd(1)-S(1)#1	100.33(3)		
N(3)#1-Cd(1)-S(3)	170.19(6)		
N(2)-Cd(1)-S(3)	89.63(8)		
N(1)-Cd(1)-S(3)	87.50(8)		
S(2)#1-Cd(1)-S(3)	84.41(3)		
S(1)#1-Cd(1)-S(3)	85.34(3)		

Symmetrieoperationen : #1 x+1/2,-y+3/2,-z #2 x-1/2,-y+3/2,-z

Tabelle 3.8-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{benzo-15-Krone-5})_2][\text{Cd}(\text{SCN})_3]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cd(1)	30(1)	57(1)	45(1)	-8(1)	-1(1)	-1(1)
K(1)	46(1)	41(1)	54(1)	-11(1)	-5(1)	2(1)
S(1)	36(1)	59(1)	98(1)	-26(1)	-11(1)	-3(1)
S(2)	37(1)	71(1)	56(1)	11(1)	1(1)	0(1)
S(3)	37(1)	73(1)	41(1)	-5(1)	-1(1)	-7(1)
C(1)	38(2)	45(2)	47(2)	-14(1)	1(1)	6(1)
C(2)	43(2)	52(2)	37(2)	-1(1)	6(1)	-1(1)
C(3)	40(2)	48(2)	34(1)	-5(1)	8(1)	-2(1)
N(1)	32(1)	68(2)	90(2)	-31(2)	-6(2)	6(1)
N(2)	39(2)	80(2)	61(2)	10(2)	0(1)	0(1)
N(3)	37(1)	74(2)	43(1)	-5(1)	5(1)	-2(1)
O(1)	46(1)	85(2)	36(1)	6(1)	1(1)	3(1)
O(2)	51(1)	66(1)	59(2)	-5(1)	5(1)	2(1)
O(3)	55(1)	48(1)	63(2)	-7(1)	-3(1)	-5(1)
O(4)	72(1)	46(1)	50(1)	-3(1)	-11(1)	-2(1)
O(5)	54(1)	64(1)	36(1)	0(1)	5(1)	0(1)
O(6)	54(1)	86(2)	54(1)	-7(1)	-6(1)	-8(1)
O(7)	83(2)	80(2)	67(2)	-4(1)	-28(2)	-12(2)
O(8)	127(3)	68(2)	55(2)	-8(1)	7(2)	-48(2)
O(9)	64(2)	79(2)	150(3)	9(2)	-35(2)	5(2)
O(10)	115(3)	95(2)	126(3)	-34(2)	25(2)	47(2)
C(11)	53(2)	101(3)	38(2)	11(2)	-4(1)	10(2)
C(12)	63(2)	75(2)	49(2)	12(2)	6(2)	4(2)
C(13)	52(2)	80(3)	67(2)	3(2)	13(2)	0(2)
C(14)	52(2)	62(2)	79(3)	6(2)	-2(2)	-7(2)
C(15)	64(2)	55(2)	74(3)	-14(2)	-11(2)	-11(2)
C(16)	76(2)	65(2)	62(2)	-5(2)	-26(2)	-2(2)
C(17)	92(3)	55(2)	39(2)	-9(2)	0(2)	-1(2)
C(18)	76(2)	53(2)	36(2)	1(1)	13(2)	0(2)
C(19)	45(2)	42(2)	54(2)	1(1)	4(1)	7(1)
C(20)	38(2)	58(2)	52(2)	0(2)	0(1)	11(1)
C(21)	52(2)	57(2)	66(2)	-1(2)	18(2)	8(1)
C(22)	39(2)	82(3)	112(4)	3(3)	16(2)	5(2)
C(23)	42(2)	115(4)	96(3)	0(3)	-11(2)	6(2)
C(24)	49(2)	100(3)	61(2)	4(2)	-9(2)	13(2)
C(31)	121(4)	62(3)	83(3)	19(2)	-57(3)	-23(3)
C(32)	104(4)	51(2)	169(5)	9(3)	-83(4)	1(2)
C(33)	53(3)	87(5)	700(30)	-97(10)	-89(9)	21(3)
C(34)	143(7)	81(5)	670(30)	-53(10)	223(13)	16(5)
C(35)	194(7)	65(3)	150(6)	-41(4)	105(5)	-4(4)
C(36)	196(7)	93(4)	66(3)	-27(3)	38(4)	-69(4)
C(37)	127(4)	65(2)	55(2)	3(2)	-20(2)	-49(3)
C(38)	68(2)	64(2)	82(3)	16(2)	-29(2)	-23(2)
C(39)	69(2)	43(2)	66(2)	-2(2)	10(2)	-12(2)
C(40)	104(3)	44(2)	55(2)	-3(2)	2(2)	-20(2)
C(41)	79(3)	50(2)	107(4)	-2(2)	22(3)	-7(2)
C(42)	126(5)	51(3)	150(6)	-8(3)	71(4)	-12(3)
C(43)	191(7)	51(3)	89(4)	-12(3)	66(4)	-28(4)
C(44)	159(5)	52(2)	63(3)	-1(2)	9(3)	-29(3)

Tabelle 3.9-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})_3][\text{Hg}_2\text{I}_6]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(\text{eq})$
Cs(1)	7937(1)	2743(1)	3997(1)	50(1)
Cs(2)	1747(1)	7369(1)	11099(1)	52(1)
Hg(3)	5606(1)	6210(1)	7653(1)	88(1)
Hg(4)	4364(1)	4254(1)	7381(1)	97(1)
I(5)	3688(1)	5493(1)	8355(1)	83(1)
I(6)	6655(1)	4615(1)	7071(1)	90(1)
I(7)	5088(2)	7048(1)	6744(1)	105(1)
I(8)	6729(2)	6697(1)	8418(1)	118(1)
I(9)	3127(2)	4796(1)	6613(1)	112(1)
I(10)	4484(2)	2756(1)	7813(1)	151(1)
C(1)	8480(30)	2861(19)	2275(12)	107(10)
C(2)	9360(30)	3365(19)	2298(12)	130(13)
O(3)	9588(16)	3435(11)	2842(7)	97(6)
C(4)	10390(30)	3941(16)	2907(12)	127(14)
C(5)	10820(30)	3800(20)	3389(16)	190(20)
O(6)	10273(14)	3587(10)	3907(8)	87(5)
C(7)	10608(17)	3546(11)	4431(11)	52(5)
C(8)	11650(20)	3263(12)	4455(14)	85(8)
C(9)	11870(30)	3262(15)	5020(20)	120(16)
C(10)	11160(30)	3579(18)	5495(17)	116(13)
C(11)	10120(20)	3849(15)	5476(12)	88(8)
C(12)	9808(17)	3797(12)	4937(10)	54(5)
O(13)	8788(11)	4068(8)	4866(5)	54(3)
C(14)	8076(17)	4519(12)	5330(10)	70(7)
C(15)	7055(19)	4727(13)	5104(11)	81(7)
O(16)	6549(14)	4059(11)	4997(10)	128(9)
C(17)	5670(30)	3934(15)	5289(15)	127(12)
C(18)	4976(18)	3312(13)	5204(10)	70(6)
O(19)	5626(11)	2593(8)	4969(7)	73(4)
C(20)	5018(17)	1993(13)	4870(10)	70(6)
C(21)	5680(20)	1184(14)	4816(11)	90(8)
O(22)	6629(12)	1116(7)	4391(7)	65(4)
C(23)	7188(17)	382(13)	4240(11)	60(6)
C(24)	7230(20)	-263(15)	4637(13)	96(9)
C(25)	7860(20)	-977(14)	4459(16)	100(10)
C(26)	8440(20)	-1132(15)	3892(18)	105(12)
C(27)	8500(20)	-520(16)	3504(14)	93(9)
C(28)	7886(17)	235(13)	3685(11)	64(6)
O(29)	7847(11)	917(9)	3315(7)	65(4)
C(30)	8260(20)	800(15)	2668(11)	87(8)
C(31)	8050(20)	1548(18)	2391(12)	94(8)
O(32)	8674(15)	2126(12)	2512(8)	95(5)
C(33)	7022(17)	1933(11)	6031(9)	59(6)
O(34)	7289(10)	1135(7)	6218(6)	57(4)
C(35)	6430(16)	663(12)	6396(9)	51(5)
C(36)	5325(18)	949(14)	6441(9)	67(6)
C(37)	4560(20)	458(18)	6583(10)	88(8)
C(38)	4820(20)	-352(18)	6664(12)	95(9)
C(39)	5950(20)	-653(13)	6621(11)	84(8)
C(40)	6724(17)	-123(14)	6496(9)	57(6)
O(41)	7842(11)	-369(8)	6450(6)	66(4)
C(42)	8155(17)	-1160(11)	6635(9)	63(6)
C(43)	10617(19)	1310(14)	3475(11)	79(7)
O(44)	10022(13)	1555(8)	4041(7)	76(5)
C(45)	9950(20)	935(13)	4501(10)	72(7)

C(46)	9555(19)	1354(14)	5059(11)	76(7)
O(47)	8511(12)	1818(8)	5142(5)	58(4)
C(48)	8115(19)	2195(13)	5691(9)	70(7)
O(51)	3346(12)	8776(8)	10604(7)	72(4)
C(52)	4330(30)	8605(16)	10643(18)	180(20)
C(53)	4994(18)	7850(13)	10458(12)	87(8)
O(54)	4321(14)	7192(11)	10646(12)	159(10)
C(55)	4890(20)	6405(15)	10515(15)	129(12)
C(56)	4090(20)	5767(14)	10677(15)	124(12)
O(57)	3331(13)	5868(8)	10359(8)	86(5)
C(58)	2726(17)	5200(11)	10348(12)	89(9)
C(59)	1861(18)	5408(12)	10004(11)	75(7)
O(60)	1073(11)	5954(8)	10327(6)	63(4)
C(61)	140(17)	6205(12)	10110(11)	57(6)
C(62)	47(18)	6132(12)	9546(9)	56(6)
C(63)	-870(20)	6439(13)	9391(10)	66(6)
C(64)	-1770(20)	6794(13)	9825(13)	78(7)
C(65)	-1689(19)	6867(12)	10372(12)	69(7)
C(66)	-761(16)	6572(10)	10558(8)	40(4)
O(67)	-687(12)	6665(10)	11120(7)	80(5)
C(68)	-950(30)	6100(20)	11527(12)	139(15)
C(69)	-930(20)	6324(17)	12108(13)	108(10)
O(70)	51(16)	6629(10)	12188(7)	99(6)
C(71)	170(30)	6848(18)	12778(10)	132(14)
C(72)	1030(30)	7264(15)	12766(12)	104(11)
O(73)	920(13)	8009(9)	12508(6)	74(4)
C(74)	1670(20)	8518(15)	12614(10)	75(7)
C(75)	1557(18)	9246(15)	12313(11)	76(7)
O(76)	2034(11)	9084(8)	11685(7)	67(4)
C(77)	2138(17)	9729(13)	11289(10)	55(5)
C(78)	1550(20)	10518(15)	11423(13)	88(8)
C(79)	1730(20)	11100(19)	10996(17)	104(11)
C(80)	2360(30)	10937(15)	10446(17)	113(12)
C(81)	2940(20)	10140(16)	10316(15)	111(10)
C(82)	2802(19)	9523(12)	10750(11)	61(6)
C(83)	-755(16)	8825(13)	11519(9)	62(6)
O(84)	-283(12)	8490(8)	10928(7)	72(4)
C(85)	-65(19)	9066(11)	10475(8)	63(6)
C(86)	384(18)	8603(11)	9896(9)	59(6)
O(87)	1415(13)	8174(9)	9933(6)	67(4)
C(88)	1920(20)	7711(15)	9449(12)	104(10)
C(89)	3051(17)	8025(11)	9158(9)	60(6)
O(90)	2785(10)	8787(7)	8923(6)	57(4)
C(91)	3670(17)	9199(12)	8663(8)	50(5)
C(92)	4768(18)	8884(12)	8607(9)	65(6)
C(93)	5608(18)	9396(19)	8336(12)	98(9)
C(94)	5340(20)	10125(17)	8156(16)	130(14)
C(95)	4310(20)	10426(14)	8218(10)	77(7)
C(96)	3446(18)	9961(13)	8477(9)	60(6)
O(97)	2319(11)	10243(7)	8572(6)	64(4)
C(98)	2004(17)	11038(12)	8367(9)	64(6)

Tabelle 3.9-2 : Bindungslängen (pm) in [Cs₂(dibenzo-24-Krone-8)₃][Hg₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cs(1)-O(44)	310.9(15)	Hg(3)-I(7)	266.80(19)
Cs(1)-O(16)	321.2(14)	Hg(3)-I(8)	268.6(2)
Cs(1)-O(47)	322.3(12)	Hg(3)-I(5)	292.08(19)
Cs(1)-O(3)	323.8(16)	Hg(3)-I(6)	297.51(19)
Cs(1)-O(19)	324.0(14)	Hg(4)-I(10)	265.5(2)
Cs(1)-O(22)	330.4(13)	Hg(4)-I(9)	270.7(2)
Cs(1)-O(6)	334.7(16)	Hg(4)-I(6)	292.0(2)
Cs(1)-O(13)	339.7(12)	Hg(4)-I(5)	294.54(19)
Cs(1)-O(29)	342.9(14)	I(9)-Cs(1)#1	444.8(2)
Cs(1)-O(32)	345.0(18)		
Cs(2)-O(84)	307.8(13)		
Cs(2)-O(87)	308.0(13)		
Cs(2)-O(54)	312.9(18)		
Cs(2)-O(70)	320.3(16)		
Cs(2)-O(57)	320.8(15)		
Cs(2)-O(76)	323.3(13)		
Cs(2)-O(60)	324.8(13)		
Cs(2)-O(51)	325.4(14)		
Cs(2)-O(73)	330.0(14)		
Cs(2)-O(67)	337.9(14)		

Tabelle 3.9-3 : Bindungswinkel [°] in [Cs₂(dibenzo-24-Krone-8)₃][Hg₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(7)-Hg(3)-I(8)	127.12(8)	I(9)-Hg(4)-I(6)	116.08(7)
I(7)-Hg(3)-I(5)	110.46(7)	I(10)-Hg(4)-I(5)	111.03(7)
I(8)-Hg(3)-I(5)	107.68(7)	I(9)-Hg(4)-I(5)	102.78(7)
I(7)-Hg(3)-I(6)	102.41(7)	I(6)-Hg(4)-I(5)	93.45(6)
I(8)-Hg(3)-I(6)	110.90(7)	Hg(3)-I(5)-Hg(4)	82.07(5)
I(5)-Hg(3)-I(6)	92.81(5)	Hg(4)-I(6)-Hg(3)	81.59(5)
I(10)-Hg(4)-I(9)	125.22(9)	Hg(4)-I(9)-Cs(1)#1	134.01(8)
I(10)-Hg(4)-I(6)	103.75(8)		

Tabelle 3.9-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cs}_2(\text{dibenzo-24-Krone-8})_3][\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cs(1)	40(1)	55(1)	51(1)	-4(1)	-7(1)	-6(1)
Cs(2)	47(1)	49(1)	61(1)	-8(1)	-17(1)	3(1)
Hg(3)	95(1)	81(1)	100(1)	15(1)	-44(1)	-13(1)
Hg(4)	110(1)	88(1)	102(1)	10(1)	-37(1)	-22(1)
I(5)	70(1)	80(1)	83(1)	-5(1)	9(1)	2(1)
I(6)	58(1)	75(1)	119(2)	-7(1)	9(1)	7(1)
I(7)	102(2)	94(1)	128(2)	52(1)	-42(1)	-20(1)
I(8)	98(2)	125(2)	145(2)	-35(1)	-68(1)	19(1)
I(9)	102(2)	140(2)	94(1)	8(1)	-28(1)	-11(1)
I(10)	179(3)	58(1)	195(2)	25(1)	-4(2)	-19(1)
C(1)	140(30)	110(30)	80(20)	-16(18)	-53(19)	20(20)
C(2)	200(40)	130(30)	60(20)	30(18)	-20(20)	-40(30)
O(3)	120(16)	122(15)	63(12)	20(10)	-27(11)	-58(13)
C(4)	180(40)	75(19)	90(20)	-19(16)	50(20)	-10(20)
C(5)	190(40)	270(50)	200(40)	180(40)	-150(40)	-190(40)
O(6)	71(12)	108(13)	81(12)	-14(10)	4(10)	-46(10)
C(7)	31(13)	49(12)	84(17)	-4(11)	-20(12)	-20(10)
C(8)	56(18)	42(13)	160(30)	-16(14)	-30(17)	-6(12)
C(9)	70(20)	41(16)	280(50)	0(20)	-120(30)	5(14)
C(10)	140(40)	80(20)	180(40)	20(20)	-120(30)	-40(20)
C(11)	70(19)	130(20)	90(20)	34(16)	-59(16)	-28(16)
C(12)	31(13)	58(13)	75(16)	-4(11)	-5(12)	-25(10)
O(13)	26(8)	84(9)	47(8)	-17(7)	4(6)	-9(7)
C(14)	34(14)	54(13)	120(20)	15(13)	-8(13)	-9(11)
C(15)	54(17)	70(16)	110(20)	-17(13)	-14(14)	25(13)
O(16)	35(11)	104(14)	220(20)	-117(14)	31(12)	-12(10)
C(17)	70(20)	64(18)	220(40)	-36(19)	20(20)	-20(17)
C(18)	64(17)	76(16)	72(16)	-14(12)	-31(13)	18(13)
O(19)	34(9)	46(8)	136(14)	-20(8)	-16(8)	1(7)
C(20)	41(14)	74(16)	95(18)	-14(13)	-25(12)	7(12)
C(21)	100(20)	85(19)	92(19)	0(14)	-11(17)	-48(17)
O(22)	54(11)	40(8)	92(11)	-6(7)	-2(8)	3(7)
C(23)	36(14)	57(15)	89(18)	-4(13)	-11(13)	-20(11)
C(24)	80(20)	66(17)	160(30)	0(18)	-46(18)	-33(16)
C(25)	90(20)	33(15)	200(30)	17(18)	-70(20)	10(14)
C(26)	50(20)	35(15)	240(40)	-40(20)	-60(20)	16(13)
C(27)	62(19)	63(17)	160(30)	-44(18)	-47(17)	9(14)
C(28)	30(14)	64(15)	100(20)	-22(14)	-25(13)	-16(11)
O(29)	44(10)	76(10)	73(11)	-18(8)	-10(8)	-4(7)
C(30)	90(20)	85(19)	90(20)	-49(15)	-34(16)	-18(15)
C(31)	80(20)	120(20)	90(20)	-14(18)	-27(16)	-15(18)
O(32)	90(14)	99(14)	113(14)	16(11)	-47(11)	-34(12)
C(33)	53(15)	62(13)	68(14)	30(11)	-25(12)	-11(11)
O(34)	38(9)	55(8)	83(10)	16(7)	-24(7)	-14(7)
C(35)	34(13)	56(13)	67(14)	1(10)	-20(10)	-7(10)
C(36)	47(15)	88(16)	81(16)	28(13)	-34(12)	-30(13)
C(37)	70(20)	110(20)	100(20)	4(16)	-30(15)	-41(18)
C(38)	54(19)	110(20)	130(20)	-31(18)	-18(16)	-39(17)
C(39)	66(19)	59(14)	140(20)	12(14)	-39(16)	-41(14)
C(40)	39(14)	77(16)	62(14)	-26(11)	-18(11)	-16(12)
O(41)	38(9)	63(9)	91(11)	0(8)	-6(8)	-13(7)
C(42)	58(16)	50(13)	80(16)	5(11)	-21(12)	8(11)
C(43)	60(18)	74(16)	110(20)	-4(14)	-50(16)	15(13)
O(44)	68(12)	58(9)	90(12)	-4(9)	-4(9)	13(8)
C(45)	90(20)	58(14)	74(17)	11(13)	-33(14)	0(13)
C(46)	70(18)	79(16)	91(19)	11(14)	-52(15)	13(13)
O(47)	66(11)	69(9)	40(8)	5(7)	-19(7)	-3(8)

C(48)	90(20)	80(15)	40(13)	17(12)	-24(13)	-5(14)
O(51)	22(9)	53(9)	134(13)	-19(8)	-13(9)	9(7)
C(52)	130(40)	70(20)	330(50)	-100(30)	20(30)	-20(20)
C(53)	44(16)	69(16)	150(20)	-9(15)	-22(15)	-34(13)
O(54)	44(12)	78(12)	350(30)	-109(16)	-54(15)	36(10)
C(55)	80(20)	90(20)	220(40)	-70(20)	-50(20)	12(18)
C(56)	110(30)	55(16)	230(40)	-13(19)	-110(30)	20(17)
O(57)	64(12)	56(10)	143(15)	8(9)	-46(11)	16(8)
C(58)	30(14)	22(11)	210(30)	4(13)	-17(15)	-6(10)
C(59)	43(15)	46(13)	130(20)	-21(13)	-15(14)	7(11)
O(60)	26(8)	64(9)	98(11)	-9(8)	-17(8)	2(7)
C(61)	35(14)	57(13)	85(17)	6(12)	-6(12)	-41(11)
C(62)	56(16)	66(14)	45(14)	9(11)	-7(11)	-16(11)
C(63)	80(20)	70(15)	62(16)	17(12)	-49(16)	-29(14)
C(64)	65(19)	67(16)	110(20)	4(15)	-47(18)	-2(13)
C(65)	67(18)	56(14)	100(20)	-4(13)	-50(15)	-12(12)
C(66)	39(13)	55(12)	33(11)	-3(9)	-17(10)	-18(9)
O(67)	59(11)	119(13)	75(11)	6(10)	-23(9)	-48(10)
C(68)	150(30)	210(40)	80(20)	20(20)	-20(20)	-150(30)
C(69)	90(20)	100(20)	120(30)	33(19)	-10(20)	-20(18)
O(70)	116(17)	107(13)	82(13)	23(10)	-23(11)	-52(12)
C(71)	250(50)	110(20)	29(15)	19(15)	-20(20)	-50(30)
C(72)	180(30)	58(18)	110(20)	-25(16)	-90(20)	-11(18)
O(73)	86(12)	66(10)	79(11)	0(8)	-35(9)	-21(9)
C(74)	63(17)	96(19)	68(16)	0(14)	-18(13)	-14(15)
C(75)	48(15)	94(19)	100(20)	-46(16)	-33(14)	-7(13)
O(76)	47(10)	65(9)	91(12)	-17(9)	-23(8)	-5(7)
C(77)	41(14)	58(14)	71(16)	-15(12)	-26(12)	-5(11)
C(78)	62(18)	69(17)	140(20)	-36(17)	-43(16)	15(14)
C(79)	60(20)	80(20)	180(40)	20(20)	-60(20)	4(17)
C(80)	120(30)	45(17)	200(40)	50(20)	-90(30)	-9(17)
C(81)	100(20)	80(20)	170(30)	-10(20)	-60(20)	-10(17)
C(82)	54(16)	40(13)	99(19)	-2(13)	-39(14)	-9(11)
C(83)	38(14)	79(15)	63(15)	22(12)	-9(11)	3(11)
O(84)	70(11)	53(9)	86(11)	1(8)	-17(9)	20(8)
C(85)	96(19)	45(12)	57(14)	18(11)	-38(13)	-9(12)
C(86)	66(16)	44(12)	72(15)	5(11)	-33(12)	13(11)
O(87)	56(11)	83(10)	58(10)	1(8)	-8(8)	-3(9)
C(88)	70(20)	90(20)	130(30)	51(19)	14(18)	-19(16)
C(89)	76(17)	38(11)	72(15)	-2(10)	-37(13)	10(11)
O(90)	21(8)	55(8)	91(10)	19(7)	-4(7)	-5(6)
C(91)	47(14)	53(13)	46(12)	-1(9)	-8(10)	8(11)
C(92)	51(16)	59(13)	78(16)	-17(11)	-14(12)	24(12)
C(93)	11(13)	160(30)	120(20)	-50(20)	-7(13)	-12(16)
C(94)	14(15)	80(19)	260(40)	40(20)	20(18)	8(14)
C(95)	70(20)	61(14)	101(19)	5(13)	-25(15)	-9(14)
C(96)	45(15)	58(14)	74(15)	-21(11)	-21(12)	17(11)
O(97)	35(9)	38(8)	107(11)	-3(7)	1(8)	0(6)
C(98)	57(16)	55(13)	72(15)	9(11)	-4(12)	2(11)

Tabelle 3.10-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{dibenzo-24-Krone-8})]_2 [\text{Cd}_2\text{I}_6]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
K(1)	1363(2)	8159(2)	5374(2)	38(1)
K(2)	-1124(8)	9815(7)	6050(7)	38(3)
Cd(1)	940(1)	4231(1)	8705(1)	64(1)
I(3)	2027(1)	1882(1)	8770(1)	79(1)
I(4)	1713(1)	5075(1)	10145(1)	80(1)
I(5)	1231(1)	5299(1)	6638(1)	86(1)
O(1)	-1062(8)	10289(9)	8156(7)	87(3)
C(2)	-37(13)	9656(12)	8737(11)	80(4)
C(3)	798(13)	8592(10)	8248(12)	76(4)
O(4)	1566(7)	8792(7)	7206(7)	70(2)
C(5)	3468(14)	9146(12)	6091(14)	87(4)
C(6)	2762(12)	8913(11)	7207(14)	84(5)
O(7)	3777(8)	8194(7)	5569(8)	77(3)
C(8)	4489(13)	8296(12)	4542(14)	84(4)
C(9)	4901(11)	7195(13)	4100(13)	90(5)
O(10)	3752(7)	7032(7)	3998(7)	70(2)
C(11)	3954(12)	6162(10)	3427(11)	65(3)
C(12)	5140(11)	5371(11)	3013(12)	81(4)
C(13)	5242(14)	4537(12)	2434(14)	97(5)
C(14)	4188(14)	4493(11)	2234(13)	92(5)
C(15)	2968(13)	5312(10)	2668(12)	79(4)
C(16)	2844(10)	6134(9)	3259(9)	55(3)
O(17)	1692(6)	6974(6)	3670(6)	54(2)
C(18)	548(11)	7014(10)	3426(11)	65(3)
C(19)	-541(11)	8077(10)	3805(11)	69(4)
O(20)	-990(7)	8010(6)	4944(7)	58(2)
C(21)	-1898(12)	7464(11)	5341(14)	92(5)
C(22)	-2400(15)	7503(12)	6497(15)	112(6)
O(23)	-3103(8)	8615(7)	6732(8)	77(3)
C(24)	-3680(16)	8637(13)	7830(14)	105(5)
C(25)	-4122(14)	9704(12)	8213(13)	94(5)
O(26)	-3147(9)	10149(10)	8033(9)	103(4)
C(27)	-3306(12)	11027(11)	8583(10)	64(3)
C(28)	-4497(13)	11810(14)	9071(12)	90(4)
C(29)	-4511(14)	12663(12)	9616(11)	81(4)
C(30)	-3368(15)	12661(11)	9720(11)	77(4)
C(31)	-2220(13)	11884(12)	9259(11)	77(4)
C(32)	-2191(12)	11055(11)	8689(10)	66(3)

Tabelle 3.10-2 : Bindungslängen (pm) in [K(dibenzo-24-Krone-8)]₂[Cd₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
K(1)-O(4)	277.9(9)	O(1)-C(32)	137.3(14)
K(1)-O(17)	280.4(7)	O(1)-C(2)	145.6(15)
K(1)-O(10)	282.5(8)	C(2)-C(3)	146.1(17)
K(1)-O(7)	290.2(8)	C(3)-O(4)	142.3(15)
K(1)-O(20)	302.3(7)	O(4)-C(6)	145.6(14)
		C(5)-O(7)	138.6(14)
K(1)-I(5)	368.4(3)	C(5)-C(6)	148.(2)
K(1)-K(1)#1	455.0(5)	O(7)-C(8)	136.1(16)
K(2)-O(20)	289.7(10)	C(8)-C(9)	147.3(17)
K(2)-O(26)	291.7(12)	C(9)-O(10)	147.4(13)
K(2)-O(1)	296.2(12)	O(10)-C(11)	137.2(13)
K(2)-O(23)	306.5(11)	C(11)-C(12)	137.4(15)
K(2)-K(2)#1	328.0(17)	C(11)-C(16)	138.2(15)
		C(12)-C(13)	138.1(18)
Cd(1)-I(3)	272.30(11)	C(13)-C(14)	134.5(19)
Cd(1)-I(5)	272.68(14)	C(14)-C(15)	141.8(17)
Cd(1)-I(4)	285.00(12)	C(15)-C(16)	136.8(15)
Cd(1)-I(4)#2	286.30(12)	C(16)-O(17)	137.8(12)
I(4)-Cd(1)#2	286.30(12)	O(17)-C(18)	143.0(12)
		C(18)-C(19)	149.0(14)
		C(19)-O(20)	141.8(14)
		O(20)-C(21)	140.3(13)
		C(21)-C(22)	145(2)
		C(22)-O(23)	136.8(14)
		O(23)-C(24)	139.2(17)
		C(24)-C(25)	139.2(17)
		C(25)-O(26)	139.7(15)
		O(26)-C(27)	137.7(14)
		C(27)-C(32)	135.5(16)
		C(27)-C(28)	140.1(17)
		C(28)-C(29)	141.2(18)
		C(29)-C(30)	137.0(18)
		C(30)-C(31)	135.9(17)
		C(31)-C(32)	140.0(16)

Tabelle 3.10-3 : Bindungswinkel [°] in [K(dibenzo-24-Krone-8)]₂[Cd₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
O(4)-K(1)-O(17)	164.6(2)	I(3)-Cd(1)-I(5)	111.72(5)
O(4)-K(1)-O(10)	114.7(2)	I(3)-Cd(1)-I(4)	112.27(4)
O(17)-K(1)-O(10)	54.5(2)	I(5)-Cd(1)-I(4)	114.82(4)
O(4)-K(1)-O(7)	58.2(3)	I(3)-Cd(1)-I(4)#2	110.57(4)
O(17)-K(1)-O(7)	112.7(2)	I(5)-Cd(1)-I(4)#2	112.18(4)
O(10)-K(1)-O(7)	58.2(2)	I(4)-Cd(1)-I(4)#2	94.09(3)
O(4)-K(1)-O(20)	127.9(2)	Cd(1)-I(4)-Cd(1)#2	85.92(3)
O(17)-K(1)-O(20)	61.1(2)		
O(10)-K(1)-O(20)	115.6(2)		
O(7)-K(1)-O(20)	173.8(3)		
O(20)-K(2)-O(26)	112.3(3)		
O(20)-K(2)-O(1)	142.8(4)		
O(26)-K(2)-O(1)	51.3(3)		
O(20)-K(2)-O(23)	56.4(3)		
O(26)-K(2)-O(23)	56.3(3)		
O(1)-K(2)-O(23)	101.8(4)		

Tabelle 3.10-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{K}(\text{dibenzo-24-Krone-8})]_2[\text{Cd}_2\text{I}_6]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
K(1)	36(1)	42(2)	39(2)	-16(1)	0(1)	-19(1)
K(2)	47(5)	40(5)	29(5)	-7(4)	9(4)	-30(4)
Cd(1)	59(1)	59(1)	78(1)	-15(1)	-12(1)	-23(1)
I(3)	77(1)	57(1)	108(1)	-16(1)	-24(1)	-25(1)
I(4)	51(1)	99(1)	104(1)	-45(1)	-8(1)	-32(1)
I(5)	83(1)	82(1)	95(1)	13(1)	-29(1)	-38(1)
O(1)	65(6)	131(8)	61(6)	-34(6)	-6(5)	-26(6)
C(2)	80(9)	106(11)	52(9)	-3(8)	-5(8)	-42(8)
C(3)	81(9)	62(8)	71(10)	-9(7)	-4(8)	-19(7)
O(4)	55(5)	89(6)	64(6)	-22(5)	-7(5)	-19(4)
C(5)	73(9)	75(9)	114(14)	-31(9)	-10(10)	-26(7)
C(6)	68(8)	62(8)	124(15)	-38(9)	-46(10)	2(7)
O(7)	66(5)	74(6)	95(8)	-33(5)	-3(6)	-29(4)
C(8)	63(8)	84(10)	107(14)	-32(9)	5(9)	-35(7)
C(9)	45(7)	117(12)	107(13)	-43(10)	-11(8)	-19(7)
O(10)	41(4)	84(6)	88(7)	-37(5)	5(4)	-24(4)
C(11)	66(8)	63(7)	67(9)	-18(7)	-12(7)	-21(6)
C(12)	33(6)	85(9)	100(12)	-36(9)	18(7)	-6(6)
C(13)	74(9)	64(9)	134(16)	-35(9)	20(10)	-24(7)
C(14)	86(10)	67(9)	113(14)	-49(9)	17(10)	-26(8)
C(15)	72(8)	67(8)	90(11)	-24(8)	10(8)	-28(7)
C(16)	55(7)	54(6)	50(8)	-21(6)	6(6)	-19(5)
O(17)	42(4)	61(4)	56(5)	-23(4)	-4(4)	-13(3)
C(18)	58(7)	78(8)	61(9)	-32(7)	-7(7)	-19(6)
C(19)	59(7)	77(8)	63(9)	-24(7)	-23(7)	-3(6)
O(20)	50(4)	56(4)	69(6)	-22(4)	-7(4)	-18(4)
C(21)	61(8)	78(9)	134(15)	-60(9)	36(9)	-40(7)
C(22)	91(10)	66(9)	139(17)	-31(10)	50(11)	-32(8)
O(23)	79(6)	71(6)	75(7)	-32(5)	24(5)	-38(5)
C(24)	114(12)	107(12)	105(15)	-42(11)	26(11)	-71(10)
C(25)	105(11)	79(9)	83(11)	-21(8)	40(9)	-54(9)
O(26)	76(6)	156(9)	101(8)	-70(7)	33(6)	-75(6)
O(27)	71(8)	91(9)	43(8)	-20(7)	-10(7)	-39(7)
C(28)	54(8)	133(13)	73(11)	-30(10)	3(8)	-27(8)
C(29)	85(10)	78(9)	60(10)	-12(7)	-7(8)	-14(8)
C(30)	96(11)	81(9)	65(10)	-24(7)	-3(9)	-44(8)
C(31)	77(9)	102(10)	68(10)	-27(8)	-8(8)	-45(8)
C(32)	60(7)	88(9)	43(8)	-19(7)	9(7)	-29(7)

Tabelle 3.11-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22)(2H)][HgI₄] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg	375(1)	7958(1)	2130(1)	49(1)
I(1)	177(1)	5407(1)	1063(1)	52(1)
I(2)	-343(1)	10564(1)	1520(1)	56(1)
I(3)	1777(1)	8439(1)	2499(1)	56(1)
I(4)	-27(1)	7408(1)	3797(1)	64(1)
O(2)	2440(6)	12615(14)	2605(9)	87(4)
N(5)	3498(5)	10377(14)	2894(7)	54(3)
O(8)	3426(5)	7498(14)	3876(6)	68(3)
O(11)	2523(4)	7400(11)	5168(6)	54(2)
N(14)	1442(5)	9592(14)	4729(6)	50(3)
O(17)	1500(4)	12649(12)	3839(5)	55(2)
C(1)	2038(10)	13890(20)	2752(12)	92(6)
C(3)	3090(8)	12880(20)	2380(10)	74(5)
C(4)	3365(7)	11380(20)	2133(8)	67(4)
C(6)	3806(7)	8830(20)	2704(9)	69(4)
C(7)	4022(7)	7920(20)	3519(10)	69(4)
C(9)	3565(8)	6650(20)	4651(9)	73(5)
C(10)	2909(8)	6088(19)	4918(9)	66(4)
C(12)	1855(7)	7000(20)	5259(9)	63(4)
C(13)	1485(7)	8460(20)	5458(8)	60(4)
C(15)	1061(7)	11061(19)	4892(8)	61(4)
C(16)	892(7)	12027(19)	4090(9)	64(4)
C(18)	1383(7)	13480(20)	3072(11)	73(4)
O(19)	2711(6)	10877(15)	4372(7)	80(3)
C(20)	3132(9)	11510(30)	5051(12)	90(5)

Tabelle 3.11-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 22)(2H)][HgI₄]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg-I(2)	274.82(10)	N(14)-C(15)	149.0(18)
Hg-I(1)	274.85(9)	N(14)-C(13)	149.6(18)
Hg-I(3)	279.64(8)	O(17)-C(18)	140.3(17)
Hg-I(4)	286.92(9)	O(17)-C(16)	140.3(17)
O(2)-C(1)	137(2)	C(1)-C(18)	147(3)
O(2)-C(3)	138.4(18)	C(3)-C(4)	146(2)
N(5)-C(4)	147.6(18)	C(6)-C(7)	152(2)
N(5)-C(6)	149(2)	C(9)-C(10)	148(2)
O(8)-C(7)	140.1(17)	C(12)-C(13)	149(2)
O(8)-C(9)	142.7(17)	C(15)-C(16)	152(2)
O(11)-C(12)	138.0(15)	O(19)-C(20)	140(2)
O(11)-C(10)	142.6(17)		

Tabelle 3.11-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 22)(2H)][HgI₄]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(2)-Hg-I(1)	112.41(3)	O(2)-C(1)-C(18)	114.3(16)
I(2)-Hg-I(3)	114.82(3)	O(2)-C(3)-C(4)	107.6(14)
I(1)-Hg-I(3)	108.69(3)	C(3)-C(4)-N(5)	109.1(12)
I(2)-Hg-I(4)	105.93(3)	N(5)-C(6)-C(7)	111.0(13)
I(1)-Hg-I(4)	113.69(3)	O(8)-C(7)-C(6)	107.2(11)
I(3)-Hg-I(4)	100.85(3)	O(8)-C(9)-C(10)	108.1(11)
C(1)-O(2)-C(3)	118.6(15)	O(11)-C(10)-C(9)	109.6(13)
C(4)-N(5)-C(6)	112.7(12)	O(11)-C(12)-C(13)	108.1(13)
C(7)-O(8)-C(9)	112.4(11)	C(12)-C(13)-N(14)	111.3(11)
C(12)-O(11)-C(10)	112.3(12)	N(14)-C(15)-C(16)	112.3(11)
C(15)-N(14)-C(13)	113.2(10)	O(17)-C(16)-C(15)	108.4(11)
C(18)-O(17)-C(16)	111.2(10)	O(17)-C(18)-C(1)	109.9(12)

Tabelle 3.11-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22)(2H)][HgI₄]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg	49(1)	51(1)	47(1)	-2(1)	2(1)	-4(1)
I(1)	60(1)	47(1)	51(1)	-7(1)	9(1)	-4(1)
I(2)	61(1)	51(1)	57(1)	-1(1)	9(1)	10(1)
I(3)	43(1)	64(1)	58(1)	2(1)	-2(1)	-12(1)
I(4)	56(1)	99(1)	38(1)	2(1)	2(1)	-27(1)
O(2)	74(7)	64(8)	130(11)	36(7)	40(7)	18(5)
N(5)	36(5)	71(8)	54(6)	8(5)	7(4)	-4(5)
O(8)	52(6)	96(9)	56(6)	22(5)	6(4)	24(5)
O(11)	54(5)	53(6)	53(5)	1(4)	1(4)	0(4)
N(14)	38(5)	73(8)	40(5)	-10(5)	7(4)	-4(5)
O(17)	49(5)	73(7)	42(5)	10(4)	0(4)	16(4)
C(1)	125(15)	85(14)	72(10)	29(9)	46(10)	33(11)
C(3)	68(9)	104(14)	53(8)	28(8)	15(7)	-11(9)
C(4)	52(8)	104(13)	44(7)	6(7)	-5(6)	-3(8)
C(6)	53(8)	97(13)	59(8)	5(8)	25(6)	-1(8)
C(7)	50(8)	91(13)	67(9)	1(8)	13(7)	19(7)
C(9)	83(11)	78(12)	58(8)	12(7)	5(7)	35(9)
C(10)	89(10)	60(10)	45(7)	4(6)	-3(6)	16(8)
C(12)	52(7)	90(12)	46(7)	12(7)	0(5)	-19(7)
C(13)	46(7)	88(12)	46(7)	-4(7)	3(5)	10(7)
C(15)	51(7)	82(11)	51(7)	-13(7)	11(6)	10(7)
C(16)	49(8)	85(12)	58(8)	-12(7)	5(6)	17(7)
C(18)	67(9)	66(10)	85(10)	20(8)	-2(8)	30(7)

Tabelle 3.12-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22) $\text{Cd}(\text{NCS})_2$] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Cd(1)	1305(1)	2412(1)	2975(1)	43(1)
Cd(2)	4445(1)	-2537(1)	4212(1)	47(1)
N(1)	6439(4)	-1776(3)	4286(2)	69(1)
C(2)	7264(5)	-1274(3)	4334(2)	50(1)
S(3)	8466(2)	-597(1)	4405(1)	78(1)
N(4)	2390(5)	-3196(3)	4231(2)	95(2)
C(5)	1703(5)	-3715(3)	4342(2)	52(1)
S(6)	698(2)	-4416(1)	4523(1)	101(1)
N(7)	3184(5)	1550(3)	3065(2)	68(1)
C(8)	3925(5)	1022(3)	3164(2)	48(1)
S(9)	5026(2)	311(1)	3303(1)	75(1)
N(10)	-617(5)	3208(3)	2965(2)	68(1)
C(11)	-1184(5)	3800(3)	2943(2)	53(1)
S(12)	-2027(2)	4628(1)	2894(1)	108(1)
N(20)	2665(4)	3253(2)	3533(1)	49(1)
C(21)	3827(6)	3633(3)	3253(2)	61(1)
C(22)	3255(7)	4001(3)	2770(2)	61(1)
O(23)	2727(3)	3371(2)	2456(1)	53(1)
C(24)	1994(6)	3625(3)	1992(2)	61(1)
C(25)	1592(6)	2903(3)	1705(2)	61(1)
O(26)	757(4)	2434(2)	2030(1)	58(1)
C(27)	369(7)	1686(3)	1827(2)	69(2)
C(28)	-646(7)	1342(4)	2184(2)	74(2)
N(29)	9(5)	1280(2)	2704(2)	59(1)
C(30)	-1052(8)	1061(4)	3075(3)	94(2)
C(31)	-391(10)	934(4)	3585(3)	104(3)
O(32)	164(4)	1648(2)	3790(1)	75(1)
C(33)	856(10)	1524(5)	4281(3)	100(2)
C(34)	737(8)	2214(5)	4619(2)	82(2)
O(35)	1584(4)	2852(2)	4459(1)	72(1)
C(36)	797(6)	3407(4)	4153(2)	64(1)
C(37)	1844(6)	3819(3)	3831(2)	60(1)
O(40)	3910(4)	-2668(2)	3259(1)	59(1)
C(41)	3554(6)	-1933(3)	3025(2)	63(1)
C(42)	2596(6)	-1524(3)	3377(2)	67(2)
N(43)	3333(5)	-1396(2)	3874(2)	59(1)
C(44)	2415(9)	-1034(5)	4240(3)	103(3)
C(45)	3149(11)	-883(5)	4723(3)	120(4)
O(46)	3508(4)	-1599(2)	4987(1)	79(1)
C(47)	4250(9)	-1454(4)	5462(3)	87(2)
C(48)	3958(7)	-2079(4)	5838(2)	79(2)
O(49)	4659(4)	-2804(2)	5737(1)	71(1)
C(50)	3782(6)	-3343(4)	5447(2)	67(2)
C(51)	4751(6)	-3847(3)	5146(2)	61(1)
N(52)	5660(4)	-3362(2)	4824(2)	52(1)
C(53)	6787(6)	-3816(4)	4567(2)	67(2)
C(54)	6189(7)	-4214(3)	4095(2)	69(2)
O(55)	5787(4)	-3599(2)	3745(1)	60(1)
C(56)	5052(7)	-3874(3)	3289(2)	67(2)
C(57)	4751(6)	-3175(4)	2965(2)	65(1)

Tabelle 3.12-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cd(1)-N(10)	223.5(4)	C(27)-C(28)	147.5(9)
Cd(1)-N(7)	228.1(4)	C(28)-N(29)	147.7(7)
Cd(1)-N(29)	236.7(4)	N(29)-C(30)	146.1(8)
Cd(1)-N(20)	237.6(4)	C(30)-C(31)	146.8(11)
Cd(1)-O(26)	252.1(3)	C(31)-O(32)	141.8(8)
Cd(1)-O(23)	253.3(3)	O(32)-C(33)	143.6(8)
Cd(2)-N(4)	221.0(5)	C(33)-C(34)	148.2(11)
Cd(2)-N(1)	225.7(4)	C(34)-O(35)	141.4(7)
Cd(2)-N(43)	235.9(4)	O(35)-C(36)	142.3(6)
Cd(2)-N(52)	238.5(4)	C(36)-C(37)	148.9(8)
Cd(2)-O(55)	253.9(3)	O(40)-C(57)	141.3(6)
Cd(2)-O(40)	254.8(3)	O(40)-C(41)	142.9(6)
N(1)-C(2)	115.0(6)	C(41)-C(42)	148.3(8)
C(2)-S(3)	160.9(5)	C(42)-N(43)	146.6(7)
N(4)-C(5)	113.4(6)	N(43)-C(44)	144.8(7)
C(5)-S(6)	159.7(5)	C(44)-C(45)	144.1(12)
N(7)-C(8)	115.5(6)	C(45)-O(46)	143.7(9)
C(8)-S(9)	161.5(5)	O(46)-C(47)	142.2(8)
N(10)-C(11)	113.7(6)	C(47)-C(48)	148.7(10)
C(11)-S(12)	161.5(5)	C(48)-O(49)	142.6(7)
N(20)-C(37)	147.3(6)	O(49)-C(50)	142.7(7)
N(20)-C(21)	147.7(6)	C(50)-C(51)	149.2(8)
C(21)-C(22)	149.5(7)	C(51)-N(52)	147.1(7)
C(22)-O(23)	142.9(6)	N(52)-C(53)	148.4(7)
O(23)-C(24)	144.0(6)	C(53)-C(54)	150.1(8)
C(24)-C(25)	148.3(8)	C(54)-O(55)	143.4(6)
C(25)-O(26)	142.1(6)	O(55)-C(56)	143.4(6)
O(26)-C(27)	142.2(6)	C(56)-C(57)	148.4(8)

Tabelle 3.12-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
N(10)-Cd(1)-N(7)	173.98(17)	N(4)-Cd(2)-O(55)	94.98(19)
N(10)-Cd(1)-N(29)	95.67(16)	N(1)-Cd(2)-O(55)	92.17(14)
N(7)-Cd(1)-N(29)	83.16(15)	N(43)-Cd(2)-O(55)	128.27(13)
N(10)-Cd(1)-N(20)	92.42(15)	N(52)-Cd(2)-O(55)	71.38(12)
N(7)-Cd(1)-N(20)	86.66(15)	N(4)-Cd(2)-O(40)	81.07(15)
N(29)-Cd(1)-N(20)	158.07(14)	N(1)-Cd(2)-O(40)	105.17(14)
N(10)-Cd(1)-O(26)	81.43(13)	N(43)-Cd(2)-O(40)	68.63(13)
N(7)-Cd(1)-O(26)	103.53(14)	N(52)-Cd(2)-O(40)	132.96(12)
N(29)-Cd(1)-O(26)	68.56(13)	O(55)-Cd(2)-O(40)	62.65(10)
N(20)-Cd(1)-O(26)	132.99(12)		
N(10)-Cd(1)-O(23)	91.80(14)	C(2)-N(1)-Cd(2)	166.8(4)
N(7)-Cd(1)-O(23)	93.51(13)	N(1)-C(2)-S(3)	177.8(5)
N(29)-Cd(1)-O(23)	129.11(13)	C(5)-N(4)-Cd(2)	153.3(5)
N(20)-Cd(1)-O(23)	70.76(11)	N(4)-C(5)-S(6)	176.8(6)
O(26)-Cd(1)-O(23)	62.98(10)	C(8)-N(7)-Cd(1)	165.5(4)
N(4)-Cd(2)-N(1)	172.2(2)	N(7)-C(8)-S(9)	177.2(4)
N(4)-Cd(2)-N(43)	93.75(18)	C(11)-N(10)-Cd(1)	154.7(4)
N(1)-Cd(2)-N(43)	84.32(16)	N(10)-C(11)-S(12)	177.8(5)
N(4)-Cd(2)-N(52)	93.88(16)	C(37)-N(20)-C(21)	112.2(4)
N(1)-Cd(2)-N(52)	85.34(15)	C(37)-N(20)-Cd(1)	116.9(3)
N(43)-Cd(2)-N(52)	158.07(15)	C(21)-N(20)-Cd(1)	109.5(3)

Tabelle 3.12-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22) Cd(NCS)₂]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cd(1)	43(1)	37(1)	50(1)	4(1)	-4(1)	2(1)
Cd(2)	41(1)	44(1)	54(1)	7(1)	-3(1)	-1(1)
N(1)	49(2)	70(3)	86(3)	0(2)	2(2)	-17(2)
C(2)	53(3)	54(3)	44(3)	4(2)	4(2)	7(2)
S(3)	88(1)	57(1)	89(1)	-4(1)	10(1)	-25(1)
N(4)	67(3)	126(4)	89(4)	48(3)	-23(3)	-47(3)
C(5)	42(3)	71(3)	45(3)	9(2)	0(2)	0(2)
S(6)	93(1)	68(1)	145(2)	14(1)	25(1)	-24(1)
N(7)	61(3)	58(3)	84(3)	5(2)	-6(2)	18(2)
C(8)	48(3)	47(3)	47(3)	-1(2)	0(2)	-6(2)
S(9)	74(1)	48(1)	103(1)	1(1)	-8(1)	18(1)
N(10)	68(3)	66(3)	67(3)	-5(2)	-14(2)	27(2)
C(11)	47(3)	66(3)	43(3)	-13(2)	-10(2)	5(2)
S(12)	120(2)	62(1)	140(2)	-24(1)	-20(1)	34(1)
N(20)	48(2)	53(2)	44(2)	6(2)	-6(2)	0(2)
C(21)	60(3)	71(4)	52(3)	-1(3)	-6(3)	-20(3)
C(22)	77(4)	51(3)	56(3)	5(2)	4(3)	-16(3)
O(23)	67(2)	49(2)	43(2)	7(1)	-8(2)	-2(2)
C(24)	69(4)	61(3)	52(3)	16(3)	-2(3)	0(3)
C(25)	64(3)	76(4)	43(3)	10(3)	-1(2)	5(3)
O(26)	74(2)	53(2)	48(2)	-2(2)	-6(2)	-3(2)
C(27)	89(4)	61(3)	54(3)	-8(3)	-15(3)	-4(3)
C(28)	71(4)	60(3)	89(5)	-9(3)	-29(3)	-10(3)
N(29)	58(3)	48(2)	70(3)	1(2)	1(2)	-6(2)
C(30)	104(5)	82(5)	96(5)	-6(4)	15(4)	-54(4)
C(31)	142(7)	79(5)	92(5)	24(4)	19(5)	-46(5)
O(32)	92(3)	71(2)	62(2)	19(2)	-6(2)	-19(2)
C(33)	122(6)	91(5)	87(5)	40(4)	-14(5)	-11(5)
C(34)	87(4)	111(5)	49(3)	24(4)	2(3)	-6(4)
O(35)	68(2)	96(3)	52(2)	18(2)	-8(2)	-7(2)
C(36)	64(4)	82(4)	47(3)	-6(3)	5(3)	7(3)
C(37)	72(4)	59(3)	47(3)	-5(2)	-5(3)	1(3)
O(40)	69(2)	59(2)	49(2)	7(2)	-3(2)	6(2)
C(41)	68(4)	69(3)	52(3)	14(3)	-14(3)	0(3)
C(42)	60(3)	64(3)	76(4)	25(3)	-20(3)	6(3)
N(43)	56(3)	54(3)	67(3)	11(2)	-3(2)	8(2)
C(44)	129(6)	105(5)	75(5)	18(4)	24(4)	76(5)
C(45)	195(11)	85(6)	82(5)	-11(5)	23(7)	70(6)
O(46)	95(3)	79(3)	62(2)	-4(2)	-4(2)	21(2)
C(47)	102(5)	85(5)	75(5)	-17(4)	-6(4)	8(4)
C(48)	74(4)	110(5)	51(3)	-22(4)	-3(3)	7(4)
O(49)	67(2)	91(3)	55(2)	-16(2)	-10(2)	11(2)
C(50)	63(4)	82(4)	57(3)	7(3)	3(3)	-5(3)
C(51)	70(4)	57(3)	53(3)	13(3)	-13(3)	-3(3)
N(52)	55(2)	51(2)	49(2)	1(2)	-9(2)	2(2)
C(53)	71(4)	70(4)	59(4)	6(3)	-8(3)	30(3)
C(54)	89(4)	58(3)	61(4)	-3(3)	1(3)	26(3)
O(55)	69(2)	57(2)	53(2)	-3(2)	-10(2)	5(2)
C(56)	71(4)	65(3)	63(4)	-21(3)	-10(3)	10(3)
C(57)	60(3)	84(4)	49(3)	-7(3)	-6(3)	-1(3)

Tabelle 3.13-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22) H_2][$\text{Cd}(\text{SCN})_4$] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
CD1	0.75000	0.70938	1.39976	
S1	0.75000	1.01111	1.04926	
S2	0.97019	0.75325	1.40155	
S3	0.75000	1.00926	1.75209	
C1	0.75000	0.93047	1.16278	
C2	0.89956	0.73198	1.40417	
C3	0.75000	0.92423	1.62393	
N1	0.75000	0.87593	1.25683	
N2	0.85107	0.71818	1.39966	
N3	0.75000	0.86920	1.54387	
N11	0.50000	1.00000	1.59567	
N12	0.50000	1.00000	1.20511	
O11	0.59387	1.16752	1.51598	
O12	0.59432	1.14114	1.27806	
C11	0.55573	1.02952	1.66199	
C12	0.60616	1.04081	1.59629	
C13	0.63594	1.23057	1.43817	
C14	0.64709	1.13913	1.33959	
C15	0.60056	1.04500	1.20208	
C16	0.54917	1.02757	1.13247	

Tabelle 3.13-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 22) H_2][$\text{Cd}(\text{SCN})_4$]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
CD(1)-N(1)	232.0	N(11)-C(11)	153.6
CD(1)-N(2)	234.4	C(11)-C(12)	140.6
CD(1)-N(3)	228.6	C(12)-O(11)	156.5
CD(1)-S(1)	275.0	O(11)-C(13)	146.8
CD(1)-S(3)	272.3	C(13)-C(14)	147.8
N(1)-C(1)	122.5	C(14)-O(12)	142.2
N(2)-C(2)	113.3	O(12)-C(15)	129.3
N(3)-C(3)	108.1	C(15)-C(16)	145.6
S(1)-C(1)	154.5	C(16)-N(12)	144.9
S(2)-C(2)	165.0		
S(3)-C(3)	171.6		

Tabelle 3.13-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 22)H₂][Cd(SCN)₄]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
S(1)-Cd(1)-S(3)	79.55	S(1)-C(1)-N(1)	175.23
S(1)-Cd(1)-N(1)	173.28	S(2)-C(2)-N(2)	176.22
S(1)-Cd(1)-N(3)	92.20	S(3)-C(3)-N(3)	179.14
N(2)-Cd(1)-N(2)#	175.88		

Tabelle 3.13-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 22)H₂][Cd(SCN)₄]

Atom	U11	U22	U33	U12	U13	U23
CD1	0.03357	0.04906	0.03193	0.00000	0.00000	0.00120
S1	0.06907	0.04481	0.04150	0.00000	0.00000	0.00406
S2	0.03502	0.04546	0.05055	-0.00196	0.00052	0.00439
S3	0.06913	0.04568	0.03197	0.00000	0.00000	-0.00120
C1	0.04573	0.04227	0.04025	0.00000	0.00000	-0.01050
C2	0.03946	0.04060	0.03912	-0.00291	0.00658	-0.00075
C3	0.04401	0.04081	0.01986	0.00000	0.00000	-0.00493
N1	0.05403	0.06338	0.04323	0.00000	0.00000	0.00018
N2	0.04052	0.08011	0.07857	-0.01258	0.00861	-0.01755
N3	0.11087	0.04641	0.03525	0.00000	0.00000	-0.00160
N11	0.09664	0.03133	0.04769	0.01474	0.00000	0.00000
N12	0.05567	0.05280	0.03424	0.00759	0.00000	0.00000
O11	0.04761	0.11794	0.05861	-0.00470	-0.00084	-0.03117
O12	0.04386	0.13249	0.05269	-0.00944	-0.00076	0.00038
C11	0.15323	0.05752	0.07217	0.01182	-0.06662	0.00228
C12	0.03946	0.08814	0.14179	0.02170	-0.03204	-0.05784
C13	0.05124	0.07515	0.07931	-0.02034	0.00139	-0.01609
C14	0.04307	0.08194	0.07432	-0.00562	0.01217	-0.01399
C15	0.12131	0.11581	0.08361	0.06172	0.07087	0.04864
C16	0.10085	0.05206	0.04589	0.00017	0.01454	0.00514

Tabelle 3.14-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	2100(1)	6030(1)	9867(1)	78(1)
Hg(2)	2995(1)	4010(1)	10362(1)	85(1)
I(1)	3717(1)	5418(1)	10533(1)	83(1)
I(2)	1381(1)	4637(1)	9731(1)	97(1)
I(3)	1959(1)	6672(1)	8252(1)	78(1)
I(4)	3135(1)	3337(1)	11961(1)	82(1)
I(5)	1820(1)	6899(1)	11164(1)	89(1)
I(6)	3207(1)	3170(1)	9019(1)	116(1)
Li(1)	2988(11)	9371(12)	10840(12)	24(5)
Li(2)	1165(15)	10536(10)	9318(12)	25(5)
O(1)	3617(11)	10337(9)	9413(10)	109(5)
O(2)	3697(11)	10834(10)	11202(14)	126(7)
O(3)	4317(10)	9760(11)	12484(10)	113(6)
O(4)	3908(14)	8265(13)	12072(15)	156(9)
O(5)	4295(12)	8061(9)	10410(12)	118(6)
O(7)	734(13)	10061(14)	7552(12)	132(7)
O(8)	888(19)	8995(12)	8927(17)	199(12)
O(9)	1341(10)	9561(11)	10636(12)	124(7)
O(10)	1193(13)	11125(13)	11132(13)	139(7)
O(11)	1056(14)	12019(11)	9712(18)	156(9)
O(12)	480(20)	11620(20)	7800(20)	233(15)
O(13)	5101(9)	10549(9)	9136(9)	103(5)
C(1)	3383(19)	11044(16)	9740(20)	157(15)
C(3)	3064(17)	9967(16)	8619(16)	119(10)
C(4)	3408(18)	9376(15)	8300(14)	95(8)
C(5)	3541(19)	8273(17)	8921(15)	120(10)
C(6)	3610(20)	8920(12)	8956(16)	218(16)
C(7)	3816(16)	7771(14)	9673(17)	113(10)
C(9)	4640(20)	7588(19)	11200(20)	183(18)
C(10)	4123(19)	7567(18)	11650(30)	200(20)
C(11)	4111(18)	10483(19)	12689(18)	129(11)
C(12)	4196(16)	11034(15)	12079(16)	101(8)
C(13)	1557(18)	11793(17)	11200(20)	127(12)
C(14)	1616(18)	10680(17)	11720(17)	115(10)
C(17)	4520(20)	8592(19)	12770(20)	158(15)
C(30)	1169(19)	8547(17)	9575(16)	122(11)
C(32)	930(20)	8859(17)	8119(18)	122(11)
C(33)	729(19)	12485(15)	8970(30)	137(14)
C(34)	1160(20)	12260(20)	10510(20)	158(15)
C(35)	1219(17)	10000(20)	11514(18)	168(16)
C(36)	900(20)	8857(16)	10300(20)	166(16)
C(41)	3841(17)	11348(15)	10535(17)	110(9)
C(42)	4280(20)	9220(20)	13098(15)	131(12)
C(43)	600(30)	11270(20)	7020(20)	178(19)
C(46)	790(30)	12220(20)	8180(30)	200(20)
C(48)	520(30)	10590(20)	6940(20)	156(15)
C(50)	604(19)	9300(30)	7490(20)	190(20)

Tabelle 3.14-2 : Bindungslängen (pm) in [Li(Kryptand 22)₂][Hg₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(2)	280.73(19)	C(30)-O(8)	143(3)
Hg(1)-I(5)	282.86(18)	C(30)-C(36)	148(4)
Hg(1)-I(1)	288.18(18)	C(12)-C(11)	148(4)
Hg(1)-I(3)	302.54(18)	O(8)-C(32)	143(3)
Hg(2)-I(1)	283.75(18)	C(10)-C(9)	117(4)
Hg(2)-I(6)	284.1(2)	C(10)-O(4)	153(4)
Hg(2)-I(2)	287.14(19)	C(14)-O(10)	142(3)
Hg(2)-I(4)	302.18(18)	C(14)-C(35)	143(4)
Li(1)-O(9)	256(2)	C(4)-C(3)	136(3)
O(9)-C(36)	155(3)	C(4)-O(6)	142(3)
O(9)-C(35)	175(4)	C(1)-C(41)	159(4)
O(1)-C(1)	148(3)	C(33)-C(46)	146(5)
O(1)-C(3)	169(3)	C(7)-C(5)	162(4)
O(2)-C(41)	153(3)	C(34)-C(13)	154(4)
O(2)-C(12)	167(3)	C(17)-C(42)	136(4)
O(11)-C(34)	145(3)	C(17)-O(4)	158(4)
O(11)-C(33)	158(4)	C(43)-C(48)	128(5)
O(3)-C(11)	143(3)	C(43)-O(12)	152(5)
O(3)-C(42)	146(3)	C(46)-O(12)	136(5)
O(5)-C(7)	151(3)	C(50)-C(32)	141(5)
O(5)-C(9)	167(4)	O(10)-C(13)	136(3)
O(7)-C(50)	143(4)	O(6)-C(5)	120(3)
O(7)-C(48)	144(3)		

Tabelle 3.14-3 : Bindungswinkel (°) in [Li(Kryptand 22)₂][Hg₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(2)-Hg(1)-I(5)	119.84(6)	C(13)-C(34)-O(11)	119(3)
I(2)-Hg(1)-I(1)	89.70(5)	C(14)-C(35)-O(9)	100(2)
I(5)-Hg(1)-I(1)	95.78(6)	C(42)-C(17)-O(4)	102(2)
I(2)-Hg(1)-I(3)	106.88(6)	C(48)-C(43)-O(12)	115(2)
I(5)-Hg(1)-I(3)	120.53(5)	C(17)-C(42)-O(3)	118(2)
I(1)-Hg(1)-I(3)	120.27(5)	O(12)-C(46)-C(33)	122(2)
I(1)-Hg(2)-I(6)	120.72(6)	C(10)-C(9)-O(5)	122(3)
I(1)-Hg(2)-I(2)	89.32(5)	C(10)-O(4)-C(17)	123(2)
I(6)-Hg(2)-I(2)	94.33(7)	C(46)-O(12)-C(43)	110(2)
I(1)-Hg(2)-I(4)	106.86(6)	C(43)-C(48)-O(7)	119(3)
I(6)-Hg(2)-I(4)	121.41(6)	O(7)-C(50)-C(32)	124(3)
I(2)-Hg(2)-I(4)	119.69(6)	C(50)-C(32)-O(8)	123(2)
Hg(2)-I(1)-Hg(1)	90.07(5)	C(13)-O(10)-C(14)	119(3)
Hg(1)-I(2)-Hg(2)	90.89(5)	O(10)-C(13)-C(34)	119(3)
C(36)-O(9)-C(35)	129(2)	C(5)-O(6)-C(4)	104(2)
C(36)-O(9)-Li(1)	109.2(16)	O(6)-C(5)-C(7)	133(4)
C(35)-O(9)-Li(1)	97.8(13)	C(11)-C(12)-O(2)	112(3)
C(1)-O(1)-C(3)	117.3(19)	C(30)-O(8)-C(32)	123(3)
C(41)-O(2)-C(12)	123(2)	C(9)-C(10)-O(4)	135(4)
C(34)-O(11)-C(33)	127(3)	O(10)-C(14)-C(35)	126(4)
C(11)-O(3)-C(42)	116(2)	C(3)-C(4)-O(6)	118(3)
C(7)-O(5)-C(9)	127(2)	C(12)-C(11)-O(3)	128(3)
C(50)-O(7)-C(48)	126(3)	C(4)-C(3)-O(1)	108(3)
O(8)-C(30)-C(36)	111(3)	O(1)-C(1)-C(41)	109(3)
O(2)-C(41)-C(1)	115(2)	C(46)-C(33)-O(11)	123(3)
C(30)-C(36)-O(9)	129(2)	O(5)-C(7)-C(5)	121(3)

Tabelle 3.14-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Li}(\text{Kryptand } 22)_2[\text{Hg}_2\text{I}_6]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	90(1)	57(1)	91(1)	5(1)	27(1)	8(1)
Hg(2)	96(1)	60(1)	102(1)	6(1)	36(1)	11(1)
I(1)	50(1)	57(1)	143(1)	7(1)	9(1)	-4(1)
I(2)	57(1)	57(1)	175(2)	4(1)	8(1)	-8(1)
I(3)	78(1)	74(1)	82(1)	8(1)	12(1)	-7(1)
I(4)	75(1)	81(1)	91(1)	12(1)	17(1)	-4(1)
I(5)	98(1)	67(1)	110(1)	-1(1)	47(1)	10(1)
I(6)	144(2)	67(1)	152(2)	-2(1)	91(1)	3(1)
Li(1)	0(9)	40(14)	33(13)	4(11)	5(8)	-11(9)
O(9)	76(11)	119(17)	179(18)	52(14)	19(11)	7(11)
O(1)	129(14)	69(12)	129(14)	6(11)	18(11)	-2(11)
O(2)	89(12)	84(13)	210(20)	-24(14)	46(13)	-12(10)
O(11)	137(18)	71(14)	260(30)	-14(18)	31(18)	20(13)
O(3)	101(12)	120(16)	128(14)	-41(13)	67(11)	-14(11)
O(5)	134(15)	62(11)	162(17)	-8(12)	34(13)	-3(11)
O(7)	137(16)	123(19)	143(17)	-21(16)	49(13)	-32(15)
C(30)	130(20)	120(30)	110(20)	60(20)	10(18)	60(20)
C(12)	88(17)	100(20)	110(20)	-35(18)	0(16)	-10(15)
O(8)	330(40)	86(17)	170(20)	-49(17)	-20(20)	32(19)
C(10)	90(20)	100(30)	430(60)	90(30)	110(30)	33(19)
C(14)	91(19)	130(30)	120(20)	20(20)	-29(16)	-32(18)
C(4)	130(20)	80(19)	80(18)	-17(16)	16(15)	-35(17)
C(11)	110(20)	160(30)	130(30)	-50(20)	20(18)	40(20)
C(3)	120(20)	110(30)	130(20)	20(20)	26(19)	-50(20)
C(1)	130(30)	80(20)	280(40)	70(30)	110(30)	30(20)
C(33)	100(20)	58(19)	270(40)	-40(30)	50(30)	8(15)
C(7)	98(19)	72(18)	160(30)	-70(20)	-6(18)	-16(15)
C(41)	96(19)	90(20)	150(20)	-40(20)	53(18)	-34(16)
C(36)	110(20)	57(19)	340(50)	20(30)	60(30)	-5(18)
C(34)	150(30)	130(40)	180(40)	-90(30)	10(30)	10(30)
C(35)	90(20)	280(50)	150(30)	80(30)	80(20)	90(30)
C(17)	120(30)	110(30)	230(40)	40(30)	-50(30)	-20(20)
C(43)	240(40)	160(40)	130(30)	40(30)	40(30)	-120(40)
C(42)	180(30)	160(30)	68(17)	20(20)	71(19)	-10(30)
C(46)	200(40)	100(40)	290(70)	60(40)	60(40)	-10(30)
C(9)	110(30)	150(30)	300(50)	100(30)	100(30)	10(20)
O(4)	125(18)	130(20)	230(30)	39(18)	71(17)	4(16)
O(12)	320(40)	170(30)	200(30)	60(30)	10(30)	-70(30)
C(48)	180(30)	160(40)	140(30)	70(30)	40(20)	20(30)
C(50)	90(20)	220(50)	240(50)	-180(40)	-10(20)	20(30)
C(32)	120(20)	110(30)	130(30)	0(20)	-18(19)	50(20)
O(10)	119(16)	130(20)	160(20)	3(16)	-11(14)	13(15)
Li(2)	54(14)	0(9)	23(12)	1(9)	15(10)	-3(10)
C(13)	88(19)	90(20)	200(30)	-70(20)	10(20)	-12(18)
O(6)	370(40)	54(14)	200(30)	-20(16)	-130(30)	-30(19)
C(5)	140(20)	130(30)	100(20)	-20(20)	28(18)	-50(20)
O(13)	88(10)	92(13)	136(13)	-10(10)	44(9)	-15(9)

Tabelle 3.15-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 21)(2H)][Hg₂I₆] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	86(1)	8258(1)	3438(1)	58(1)
Hg(2)	-331(1)	6592(1)	1650(1)	62(1)
I(3)	-2413(2)	6948(2)	3334(1)	58(1)
I(4)	1029(2)	4152(1)	1608(1)	62(1)
I(5)	2100(2)	7927(2)	1805(1)	59(1)
I(6)	-1480(2)	10758(1)	3352(1)	63(1)
I(7)	1805(2)	7059(2)	4823(1)	60(1)
I(8)	-2341(2)	8146(2)	448(1)	70(1)
O(1)	-5482(19)	14281(15)	2704(11)	57(4)
C(2)	-4030(30)	14680(20)	2195(19)	64(7)
C(3)	-3850(30)	14480(20)	1323(15)	56(6)
O(4)	-3370(30)	13145(16)	1400(10)	69(5)
C(5)	-3110(60)	12860(30)	640(20)	120(14)
C(6)	-2500(50)	11360(30)	820(30)	105(12)
N(7)	-3480(30)	10702(18)	1576(16)	69(6)
C(8)	-5370(30)	10790(30)	1652(15)	77(9)
C(9)	-6340(30)	10290(20)	2583(15)	69(8)
O(10)	-6040(20)	11073(15)	2980(11)	58(4)
C(11)	-6620(30)	10670(20)	3882(17)	58(6)
C(12)	-6610(30)	11720(20)	4242(16)	65(7)
N(13)	-7660(20)	12970(20)	3815(16)	70(6)
C(14)	-7490(40)	14150(20)	3990(20)	76(8)
C(15)	-5760(40)	14400(30)	3560(20)	78(8)

Tabelle 3.15-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 21)(2H)][Hg₂I₆]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-I(7)	272.10(18)	O(1)-C(15)	141(3)
Hg(1)-I(6)	272.59(17)	C(2)-O(1)	139(3)
Hg(1)-I(5)	287.96(19)	C(2)-C(3)	148(3)
Hg(1)-I(3)	291.31(16)	C(3)-O(4)	142(3)
Hg(2)-I(4)	268.25(17)	O(4)-C(5)	134(4)
Hg(2)-I(8)	271.11(18)	C(5)-C(6)	157(4)
Hg(2)-I(5)	291.89(16)	C(6)-N(7)	143(4)
Hg(2)-I(3)	297.6(2)	N(7)-C(8)	151(3)
		C(8)-C(9)	156(3)
		C(9)-O(10)	135(2)
		O(10)-C(11)	141(3)
		C(11)-C(12)	148(3)
		C(12)-N(13)	148(3)
		N(13)-C(14)	149(3)
		C(14)-C(15)	150(4)

Tabelle 3.15-3 :
Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 21)(2H)][Hg₂I₆]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
I(7)-Hg(1)-I(6)	113.82(6)	O(1)-C(2)-C(3)	108.5(18)
I(7)-Hg(1)-I(5)	113.14(6)	O(4)-C(3)-C(2)	108.6(19)
I(6)-Hg(1)-I(5)	112.48(6)	C(5)-O(4)-C(3)	114(2)
I(7)-Hg(1)-I(3)	113.80(6)	O(4)-C(5)-C(6)	107(3)
I(6)-Hg(1)-I(3)	108.66(6)	N(7)-C(6)-C(5)	112(3)
I(5)-Hg(1)-I(3)	93.17(5)	C(6)-N(7)-C(8)	123(2)
I(4)-Hg(2)-I(8)	119.07(6)	N(7)-C(8)-C(9)	117(2)
I(4)-Hg(2)-I(5)	114.15(6)	O(10)-C(9)-C(8)	99(2)
I(8)-Hg(2)-I(5)	109.74(6)	C(9)-O(10)-C(11)	109.0(18)
I(4)-Hg(2)-I(3)	115.50(6)	O(10)-C(11)-C(12)	105.7(18)
I(8)-Hg(2)-I(3)	103.43(6)	N(13)-C(12)-C(11)	113(2)
I(5)-Hg(2)-I(3)	91.10(5)	C(12)-N(13)-C(14)	118(2)
Hg(1)-I(3)-Hg(2)	87.01(5)	N(13)-C(14)-C(15)	109(2)
Hg(1)-I(5)-Hg(2)	88.72(5)	O(1)-C(15)-C(14)	108(2)
C(2)-O(1)-C(15)	113.3(18)		

Tabelle 3.15-4 :
Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 21)(2H)][Hg₂I₆]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	66(1)	48(1)	62(1)	-14(1)	-23(1)	-7(1)
Hg(2)	72(1)	45(1)	73(1)	-17(1)	-30(1)	-4(1)
I(3)	54(1)	73(1)	55(1)	-16(1)	-6(1)	-33(1)
I(4)	52(1)	44(1)	94(1)	-23(1)	-27(1)	2(1)
I(5)	61(1)	73(1)	54(1)	-22(1)	2(1)	-39(1)
I(6)	49(1)	48(1)	96(1)	-25(1)	-28(1)	3(1)
I(7)	56(1)	67(1)	60(1)	-16(1)	-25(1)	-7(1)
I(8)	81(1)	58(1)	73(1)	-14(1)	-41(1)	2(1)
O(1)	49(9)	73(10)	61(11)	-23(8)	-8(8)	-28(8)
C(2)	68(15)	50(13)	90(20)	-18(13)	-36(15)	-12(12)
C(3)	59(14)	60(14)	48(14)	-7(11)	12(11)	-36(12)
O(4)	115(14)	62(10)	35(9)	-16(7)	4(9)	-37(10)
C(5)	170(40)	100(30)	50(20)	14(17)	20(20)	-50(30)
C(6)	120(30)	50(17)	130(30)	-28(19)	10(20)	-24(18)
N(7)	72(14)	39(10)	90(18)	-3(11)	-30(13)	-5(10)
C(8)	78(17)	92(18)	73(16)	-75(16)	-37(13)	41(15)
C(9)	84(16)	75(16)	70(15)	-71(15)	-10(12)	5(13)
O(10)	62(10)	65(10)	47(10)	-6(8)	-4(8)	-30(8)
C(11)	50(13)	41(12)	76(18)	-6(11)	3(12)	-17(10)
C(12)	51(14)	67(15)	54(15)	-11(12)	-1(12)	14(12)
N(13)	36(10)	77(14)	92(18)	-25(13)	-10(11)	-5(10)
C(14)	74(18)	53(15)	110(20)	-36(16)	-13(17)	-6(13)
C(15)	69(17)	90(20)	90(20)	-17(17)	-26(17)	-31(16)

Tabelle 3.16-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 21)[CdI_2]] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	U_{eq}
Cd	2699(1)	1399(1)	2795(1)	31(1)
I(1)	207(1)	1957(1)	292(1)	43(1)
I(2)	6595(1)	654(1)	6648(1)	43(1)
O(1)	4306(8)	1091(2)	818(8)	38(1)
N(2)	2292(8)	631(2)	2484(9)	31(1)
O(3)	802(10)	1165(3)	4497(9)	52(2)
O(4)	3268(9)	1865(2)	5528(8)	45(1)
N(5)	5650(9)	1669(2)	3833(10)	36(1)
C(6)	2275(14)	482(3)	672(12)	46(2)
C(7)	6257(12)	1712(3)	2277(13)	45(2)
C(8)	6165(13)	1250(4)	1450(13)	48(2)
C(9)	4078(14)	604(3)	603(12)	45(2)
C(10)	617(11)	498(3)	2776(14)	45(2)
C(11)	728(14)	676(3)	4554(15)	51(2)
C(12)	5801(14)	2099(3)	4877(15)	51(2)
C(13)	5103(15)	2004(3)	6352(13)	50(2)
C(14)	880(30)	1470(9)	5980(30)	51(7)
C(15)	2780(40)	1616(8)	6930(20)	46(5)
C(16)	1780(40)	1265(13)	6510(30)	58(9)
C(17)	2050(50)	1771(14)	6390(40)	54(9)

Tabelle 3.16-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 21)[CdI_2]]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cd-N(2)	227.5(6)	O(3)-C(16)	151(2)
Cd-N(5)	228.7(7)	O(4)-C(13)	139.6(12)
Cd-O(4)	245.2(6)	O(4)-C(17)	141(3)
Cd-O(3)	247.5(6)	O(4)-C(15)	150.1(19)
Cd-O(1)	254.1(5)	N(5)-C(12)	148.8(11)
Cd-I(1)	272.62(8)	N(5)-C(7)	149.5(11)
O(1)-C(8)	143.1(11)	C(6)-C(9)	148.9(14)
O(1)-C(9)	144.1(11)	C(7)-C(8)	149.6(14)
N(2)-C(10)	148.2(10)	C(10)-C(11)	147.5(14)
N(2)-C(6)	149.9(11)	C(12)-C(13)	150.2(15)
O(3)-C(11)	143.7(12)	C(14)-C(15)	145(3)
O(3)-C(14)	146.0(16)	C(16)-C(17)	151(6)

Tabelle 3.16-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 21)[CdI₂]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
N(2)-Cd-N(5)	117.6(2)	C(11)-O(3)-Cd	109.6(5)
N(2)-Cd-O(4)	128.1(2)	C(14)-O(3)-Cd	115.1(8)
N(5)-Cd-O(4)	71.4(2)	C(16)-O(3)-Cd	111.1(12)
N(2)-Cd-O(3)	72.2(2)	C(13)-O(4)-C(17)	127.6(14)
N(5)-Cd-O(3)	130.5(2)	C(13)-O(4)-C(15)	108.4(11)
O(4)-Cd-O(3)	67.2(2)	C(17)-O(4)-C(15)	28.7(11)
N(2)-Cd-O(1)	70.4(2)	C(13)-O(4)-Cd	112.0(5)
N(5)-Cd-O(1)	70.2(2)	C(17)-O(4)-Cd	113.4(13)
O(4)-Cd-O(1)	141.5(2)	C(15)-O(4)-Cd	111.8(7)
O(3)-Cd-O(1)	142.6(2)	C(12)-N(5)-C(7)	114.0(7)
N(2)-Cd-I(1)	119.02(17)	C(12)-N(5)-Cd	110.0(5)
N(5)-Cd-I(1)	113.29(18)	C(7)-N(5)-Cd	110.1(5)
O(4)-Cd-I(1)	97.98(17)	C(9)-C(6)-N(2)	108.4(7)
O(3)-Cd-I(1)	98.43(19)	N(5)-C(7)-C(8)	108.0(7)
O(1)-Cd-I(1)	98.99(12)	O(1)-C(8)-C(7)	108.5(7)
C(8)-O(1)-C(9)	115.5(7)	O(1)-C(9)-C(6)	108.2(7)
C(8)-O(1)-Cd	111.0(5)	C(11)-C(10)-N(2)	109.5(7)
C(9)-O(1)-Cd	110.9(5)	O(3)-C(11)-C(10)	108.2(7)
C(10)-N(2)-C(6)	113.6(7)	N(5)-C(12)-C(13)	107.7(8)
C(10)-N(2)-Cd	110.0(5)	O(4)-C(13)-C(12)	108.6(8)
C(6)-N(2)-Cd	110.0(5)	C(15)-C(14)-O(3)	107.9(14)
C(11)-O(3)-C(14)	125.3(12)	C(14)-C(15)-O(4)	105.6(18)
C(11)-O(3)-C(16)	99.9(16)	O(3)-C(16)-C(17)	99(2)
C(14)-O(3)-C(16)	35.2(13)	O(4)-C(17)-C(16)	112(3)

Tabelle 3.16-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 21)[CdI₂]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cd	32(1)	34(1)	30(1)	-2(1)	14(1)	-2(1)
I(1)	41(1)	50(1)	36(1)	8(1)	14(1)	10(1)
I(2)	42(1)	43(1)	41(1)	8(1)	14(1)	8(1)
O(1)	42(3)	39(3)	34(3)	7(2)	18(2)	10(2)
N(2)	24(3)	28(3)	42(3)	5(2)	13(3)	5(2)
O(3)	58(4)	68(5)	42(3)	-10(3)	33(3)	-13(3)
O(4)	50(4)	55(4)	37(3)	-9(3)	24(3)	-2(3)
N(5)	35(3)	34(3)	42(4)	-3(3)	17(3)	1(3)
C(6)	58(5)	36(4)	39(4)	-3(3)	13(4)	7(4)
C(7)	44(5)	39(4)	52(5)	11(4)	19(4)	-6(4)
C(8)	42(4)	65(6)	45(5)	-3(4)	25(4)	3(4)
C(9)	61(6)	39(4)	38(4)	-4(3)	24(4)	6(4)
C(10)	31(4)	40(4)	61(6)	4(4)	16(4)	0(3)
C(11)	45(5)	49(5)	66(6)	21(4)	30(5)	6(4)
C(12)	51(5)	37(4)	63(6)	-13(4)	22(5)	-9(4)
C(13)	59(6)	48(5)	39(5)	-16(4)	14(4)	-5(4)
C(14)	31(10)	101(16)	28(8)	-19(9)	18(8)	-1(10)
C(15)	55(13)	59(12)	18(7)	-5(7)	11(8)	4(9)
C(16)	35(15)	110(30)	24(10)	8(12)	2(9)	7(15)
C(17)	50(17)	80(20)	28(12)	3(13)	15(11)	30(16)

Tabelle 3.17-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cd}(\text{Kryptand } 21)(\text{I})]_2 [\text{CdI}_4]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	U_{eq}
Cd(1)	2500	5406(1)	3386(1)	57(1)
Cd(2)	2500	-3565(1)	-1177(1)	55(1)
Cd(3)	2500	2581(1)	-1050(1)	55(1)
I(4)	2500	-1828(1)	-1212(1)	71(1)
I(5)	2500	937(1)	-450(1)	64(1)
I(6)	2500	4912(1)	2050(1)	82(1)
I(7)	710(1)	2804(1)	-1746(1)	83(1)
I(8)	2500	3776(1)	22(1)	94(1)
O(10)	2500	6841(14)	3568(10)	222(12)
C(11)	1616(13)	7204(13)	3258(9)	144(7)
C(12)	634(12)	6743(10)	3605(8)	119(5)
N(13)	703(10)	5929(11)	3525(7)	130(5)
C(14)	158(11)	5471(12)	3955(8)	139(7)
C(15)	633(14)	4685(19)	3869(12)	230(20)
O(16)	1460(30)	4329(11)	3951(10)	335(19)
C(17)	1843(14)	3694(10)	4070(10)	157(8)
C(20)	1947(8)	-4769(8)	-2461(6)	82(3)
O(21)	1512(7)	-4361(9)	-1946(7)	183(7)
C(22)	483(9)	-4417(10)	-1787(9)	118(5)
C(23)	213(10)	-4248(12)	-1106(8)	127(5)
N(24)	781(8)	-3822(8)	-740(6)	118(5)
C(25)	730(12)	-3688(15)	-49(8)	157(8)
C(26)	1605(12)	-3679(8)	365(8)	111(5)
O(27)	2500	-3627(14)	50(9)	171(9)

Tabelle 3.17-2 : Bindungslängen (pm) in $[\text{Cd}(\text{Kryptand } 21)(\text{I})]_2 [\text{CdI}_4]$

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Cd(1)-O(10)	226(2)	O(10)-C(11)	143.6(16)
Cd(1)-O(16)	244(2)	C(11)-C(12)	164(2)
Cd(1)-O(16)#1	244(2)	C(12)-N(13)	128.2(19)
Cd(1)-N(13)#1	253.8(14)	N(13)-C(14)	131.6(18)
Cd(1)-N(13)	253.8(14)	C(14)-C(15)	139(3)
Cd(1)-I(6)	271.59(14)	C(15)-O(16)	124(3)
Cd(2)-O(21)	234.6(9)	O(16)-C(17)	114(2)
Cd(2)-O(21)#1	234.6(9)	C(17)-C(17)#1	174(4)
Cd(2)-O(27)	239.5(17)	C(20)-O(21)	132.1(13)
Cd(2)-N(24)	247.1(9)	C(20)-C(20)#1	147(2)
Cd(2)-N(24)#1	247.1(9)	O(21)-C(22)	140.6(14)
Cd(2)-I(4)	270.67(12)	C(22)-C(23)	139.9(18)
Cd(3)-I(7)	275.96(8)	C(23)-N(24)	123.3(17)
Cd(3)-I(7)#1	275.97(8)	N(24)-C(25)	136.4(18)
Cd(3)-I(8)	279.82(13)	C(25)-C(26)	141.5(19)
Cd(3)-I(5)	281.66(12)	C(26)-O(27)	134.1(15)
O(10)-C(11)#1	143.6(16)	O(27)-C(26)#1	134.1(15)

Tabelle 3.17-3 : Bindungswinkel (°) in [Cd(Kryptand 21)(I)]₂ [CdI₄]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
O(10)-Cd(1)-O(16)	127.5(6)	I(7)-Cd(3)-I(5)	108.54(3)
O(10)-Cd(1)-O(16)#1	127.5(6)	I(7)#1-Cd(3)-I(5)	108.54(3)
O(16)-Cd(1)-O(16)#1	69.3(15)	I(8)-Cd(3)-I(5)	107.15(5)
O(10)-Cd(1)-N(13)#1	70.5(4)	C(11)#1-O(10)-C(11)	110(2)
O(16)-Cd(1)-N(13)#1	135.1(9)	C(11)#1-O(10)-Cd(1)	108.8(13)
O(16)#1-Cd(1)-N(13)#1	68.7(8)	C(11)-O(10)-Cd(1)	108.8(13)
O(10)-Cd(1)-N(13)	70.5(4)	O(10)-C(11)-C(12)	107.8(13)
O(16)-Cd(1)-N(13)	68.7(8)	N(13)-C(12)-C(11)	109.1(14)
O(16)#1-Cd(1)-N(13)	135.1(9)	C(12)-N(13)-C(14)	114.8(16)
N(13)#1-Cd(1)-N(13)	140.5(7)	C(12)-N(13)-Cd(1)	113.4(12)
O(10)-Cd(1)-I(6)	115.5(5)	C(14)-N(13)-Cd(1)	114.3(12)
O(16)-Cd(1)-I(6)	103.7(5)	N(13)-C(14)-C(15)	98.8(16)
O(16)#1-Cd(1)-I(6)	103.7(5)	O(16)-C(15)-C(14)	141(3)
N(13)#1-Cd(1)-I(6)	101.2(3)	C(17)-O(16)-C(15)	145(4)
N(13)-Cd(1)-I(6)	101.2(3)	C(17)-O(16)-Cd(1)	116(2)
O(21)-Cd(2)-O(21)#1	68.0(5)	C(15)-O(16)-Cd(1)	97.9(18)
O(21)-Cd(2)-O(27)	128.1(5)	O(16)-C(17)-C(17)#1	116.9(19)
O(21)#1-Cd(2)-O(27)	128.1(5)	O(21)-C(20)-C(20)#1	115.9(6)
O(21)-Cd(2)-N(24)	67.5(3)	C(20)-O(21)-C(22)	124.3(10)
O(21)#1-Cd(2)-N(24)	130.7(4)	C(20)-O(21)-Cd(2)	119.7(7)
O(27)-Cd(2)-N(24)	69.4(3)	C(22)-O(21)-Cd(2)	115.8(8)
O(21)-Cd(2)-N(24)#1	130.7(4)	C(23)-C(22)-O(21)	116.6(12)
O(21)#1-Cd(2)-N(24)#1	67.5(3)	N(24)-C(23)-C(22)	119.6(13)
O(27)-Cd(2)-N(24)#1	69.4(3)	C(23)-N(24)-C(25)	128.6(13)
N(24)-Cd(2)-N(24)#1	135.1(6)	C(23)-N(24)-Cd(2)	116.9(9)
O(21)-Cd(2)-I(4)	120.8(4)	C(25)-N(24)-Cd(2)	111.2(9)
O(21)#1-Cd(2)-I(4)	120.8(4)	N(24)-C(25)-C(26)	121.6(14)
O(27)-Cd(2)-I(4)	93.7(5)	O(27)-C(26)-C(25)	117.9(14)
N(24)-Cd(2)-I(4)	99.8(3)	C(26)#1-O(27)-C(26)	125.0(19)
N(24)#1-Cd(2)-I(4)	99.8(3)	C(26)#1-O(27)-Cd(2)	117.4(10)
I(7)-Cd(3)-I(7)#1	119.10(5)	C(26)-O(27)-Cd(2)	117.4(10)
I(7)-Cd(3)-I(8)	106.46(3)		
I(7)#1-Cd(3)-I(8)	106.46(3)		

Symmetrieoperationen :#1 -x+1/2,y,z

Tabelle 3.17-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Cd}(\text{Kryptand } 21)(\text{I})_2][\text{CdI}_4]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Cd(1)	48(1)	57(1)	67(1)	-4(1)	0	0
Cd(2)	48(1)	49(1)	68(1)	-7(1)	0	0
Cd(3)	55(1)	46(1)	62(1)	0(1)	0	0
I(4)	61(1)	49(1)	103(1)	15(1)	0	0
I(5)	75(1)	51(1)	66(1)	10(1)	0	0
I(6)	64(1)	114(1)	68(1)	-26(1)	0	0
I(7)	71(1)	98(1)	82(1)	9(1)	-20(1)	5(1)
I(8)	65(1)	87(1)	130(1)	-64(1)	0	0
O(10)	400(40)	158(18)	112(14)	-15(13)	0	0
C(11)	115(13)	207(19)	110(11)	18(12)	1(10)	89(13)
C(12)	121(12)	121(12)	114(11)	8(10)	-11(10)	58(10)
N(13)	110(10)	177(15)	104(9)	-31(10)	20(8)	8(11)
C(14)	64(8)	240(20)	115(12)	-25(13)	29(8)	-30(11)
C(15)	101(13)	390(50)	210(20)	-210(30)	-28(13)	100(20)
O(16)	670(60)	104(10)	233(19)	46(12)	120(30)	12(19)
C(17)	230(20)	72(8)	167(16)	28(10)	1(14)	-36(11)
C(20)	63(6)	102(8)	82(7)	-19(6)	-5(5)	0(6)
O(21)	62(5)	270(15)	217(12)	-171(12)	17(7)	-23(7)
C(22)	55(7)	127(11)	174(15)	-62(11)	0(8)	-25(7)
C(23)	61(8)	166(15)	153(15)	6(12)	10(9)	22(9)
N(24)	99(8)	167(11)	88(7)	-38(7)	36(6)	-89(8)
C(25)	101(12)	260(30)	106(12)	46(14)	30(10)	14(14)
C(26)	136(13)	78(8)	118(11)	-30(7)	27(10)	3(8)
O(27)	103(11)	270(20)	140(14)	120(15)	0	0

Tabelle 3.18-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Hg}(\text{Kryptand } 21)(\text{Br})_2][\text{HgBr}_4]$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(01)	-2826(1)	9129(1)	-1279(1)	46(1)
Hg(02)	204(2)	6455(1)	271(1)	49(1)
Hg(03)	-4087(2)	6648(1)	-2165(1)	59(1)
Br(1)	-3286(4)	7338(2)	-1093(1)	52(1)
Br(2)	1933(4)	6094(2)	1220(2)	57(1)
Br(3)	-1145(4)	9112(2)	-261(2)	60(1)
Br(4)	-6318(6)	7265(2)	-2828(2)	89(1)
Br(5)	-1265(6)	6614(3)	-2556(2)	96(2)
Br(6)	-5164(6)	5523(2)	-1894(2)	78(1)
O(1)	-5890(30)	8913(11)	-1030(10)	56(6)
N(2)	-4170(30)	8633(13)	-2076(10)	48(6)
O(3)	-770(30)	8991(12)	-2153(11)	61(6)
N(4)	-2270(30)	10129(11)	-1772(12)	47(6)
O(5)	-4660(30)	10113(12)	-916(13)	70(7)
C(1)	-6790(40)	8660(20)	-1574(15)	66(10)
C(2)	-5980(40)	8878(17)	-2137(14)	50(7)
C(3)	-3450(40)	8677(17)	-2672(16)	58(9)
C(4)	-1680(50)	8568(19)	-2600(17)	71(11)
C(5)	-480(40)	9580(20)	-2438(17)	66(10)
C(6)	-600(40)	10099(17)	-1958(18)	60(9)
C(7)	-2490(40)	10667(17)	-1317(18)	68(10)
C(8)	-4190(40)	10692(18)	-1200(20)	68(10)
C(9)	-6370(50)	10065(19)	-930(20)	76(11)
C(10)	-6580(40)	9420(30)	-730(20)	87(15)
O(6)	-2190(30)	5613(13)	184(11)	70(7)
O(7)	-2380(20)	6780(11)	797(11)	55(5)
N(8)	10(30)	7543(12)	300(11)	46(6)
O(9)	2340(30)	7015(13)	-388(10)	67(7)
N(10)	-250(30)	6171(16)	-735(11)	57(7)
C(11)	-3470(60)	5790(30)	563(19)	110(20)
C(12)	-3830(40)	6480(20)	530(17)	64(10)
C(13)	-2490(40)	7460(20)	807(18)	75(12)
C(14)	-750(40)	7741(18)	894(15)	56(8)
C(15)	1680(40)	7822(15)	287(17)	62(9)
C(16)	2270(50)	7656(18)	-319(17)	69(10)
C(17)	1970(50)	6840(20)	-1038(18)	79(13)
C(18)	1310(50)	6172(18)	-1017(19)	69(10)
C(19)	-1170(40)	5541(13)	-809(12)	47(8)
C(20)	-2640(50)	5550(20)	-460(20)	88(14)

Tabelle 3.18-2 : Bindungslängen (pm) in [Hg(Kryptand 21)(Br)]₂ [HgBr₄]

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(01)-N(2)	219(2)	O(5)-C(8)	143(4)
Hg(01)-N(4)	242(2)	C(1)-C(2)	151(4)
Hg(01)-Br(3)	244.0(3)	C(3)-C(4)	146(5)
Hg(02)-N(10)	222(3)	C(5)-C(6)	151(5)
Hg(02)-N(8)	230(3)	C(7)-C(8)	145(5)
Hg(02)-Br(2)	245.9(3)	C(9)-C(10)	145(6)
Hg(02)-O(7)	260(2)	O(6)-C(20)	140(5)
Hg(02)-O(6)	263(2)	O(6)-C(11)	145(5)
Hg(02)-O(9)	264(2)	O(7)-C(12)	140(4)
Hg(03)-Br(4)	254.0(4)	O(7)-C(13)	144(5)
Hg(03)-Br(5)	254.6(5)	N(8)-C(15)	149(4)
Hg(03)-Br(6)	261.3(4)	N(8)-C(14)	153(4)
Hg(03)-Br(1)	272.7(3)	O(9)-C(16)	136(4)
O(1)-C(10)	139(5)	O(9)-C(17)	143(4)
O(1)-C(1)	141(4)	N(10)-C(18)	147(4)
N(2)-C(3)	147(4)	N(10)-C(19)	152(4)
N(2)-C(2)	156(4)	C(11)-C(12)	149(6)
O(3)-C(5)	141(4)	C(13)-C(14)	153(5)
O(3)-C(4)	145(4)	C(15)-C(16)	147(5)
N(4)-C(6)	146(4)	C(17)-C(18)	151(6)
N(4)-C(7)	152(4)	C(19)-C(20)	148(5)
O(5)-C(9)	140(4)		

Tabelle 3.18-3 : Bindungswinkel (°) in [Hg(Kryptand 21)(Br)]₂ [HgBr₄]

Atome	Winkel	Atome	Winkel
N(2)-Hg(01)-N(4)	100.4(8)	C(1)-C(2)-N(2)	109(3)
N(2)-Hg(01)-Br(3)	150.6(7)	C(4)-C(3)-N(2)	113(3)
N(4)-Hg(01)-Br(3)	106.5(6)	O(3)-C(4)-C(3)	114(2)
N(10)-Hg(02)-N(8)	106.8(10)	O(3)-C(5)-C(6)	108(3)
N(10)-Hg(02)-Br(2)	137.1(7)	N(4)-C(6)-C(5)	111(3)
N(8)-Hg(02)-Br(2)	108.7(6)	C(8)-C(7)-N(4)	109(3)
N(10)-Hg(02)-O(7)	115.7(8)	O(5)-C(8)-C(7)	111(3)
N(8)-Hg(02)-O(7)	70.3(8)	O(5)-C(9)-C(10)	102(3)
Br(2)-Hg(02)-O(7)	98.5(5)	O(1)-C(10)-C(9)	121(3)
N(10)-Hg(02)-O(6)	73.1(9)	C(20)-O(6)-C(11)	117(3)
N(8)-Hg(02)-O(6)	128.3(8)	C(20)-O(6)-Hg(02)	104.4(19)
Br(2)-Hg(02)-O(6)	101.9(5)	C(11)-O(6)-Hg(02)	112(3)
O(7)-Hg(02)-O(6)	64.6(8)	C(12)-O(7)-C(13)	114(3)
N(10)-Hg(02)-O(9)	69.8(9)	C(12)-O(7)-Hg(02)	113.5(19)
N(8)-Hg(02)-O(9)	67.8(8)	C(13)-O(7)-Hg(02)	108.9(18)
Br(2)-Hg(02)-O(9)	102.7(6)	C(15)-N(8)-C(14)	112(2)
O(7)-Hg(02)-O(9)	137.2(8)	C(15)-N(8)-Hg(02)	108.9(19)
O(6)-Hg(02)-O(9)	142.7(7)	C(14)-N(8)-Hg(02)	109.2(19)
Br(4)-Hg(03)-Br(5)	117.13(18)	C(16)-O(9)-C(17)	111(3)
Br(4)-Hg(03)-Br(6)	110.24(15)	C(16)-O(9)-Hg(02)	110(2)
Br(5)-Hg(03)-Br(6)	112.88(17)	C(17)-O(9)-Hg(02)	109(2)
Br(4)-Hg(03)-Br(1)	106.59(13)	C(18)-N(10)-C(19)	114(3)
Br(5)-Hg(03)-Br(1)	98.49(16)	C(18)-N(10)-Hg(02)	110(2)
Br(6)-Hg(03)-Br(1)	110.61(12)	C(19)-N(10)-Hg(02)	111.2(17)
C(10)-O(1)-C(1)	118(3)	O(6)-C(11)-C(12)	112(3)
C(3)-N(2)-C(2)	112(2)	O(7)-C(12)-C(11)	105(3)
C(3)-N(2)-Hg(01)	115.3(18)	O(7)-C(13)-C(14)	109(3)
C(2)-N(2)-Hg(01)	107.4(18)	N(8)-C(14)-C(13)	105(3)
C(5)-O(3)-C(4)	111(3)	C(16)-C(15)-N(8)	108(3)
C(6)-N(4)-C(7)	113(2)	O(9)-C(16)-C(15)	111(3)
C(6)-N(4)-Hg(01)	107.9(18)	O(9)-C(17)-C(18)	104(3)
C(7)-N(4)-Hg(01)	109(2)	N(10)-C(18)-C(17)	110(3)
C(9)-O(5)-C(8)	111(3)	C(20)-C(19)-N(10)	111(3)
O(1)-C(1)-C(2)	108(3)	O(6)-C(20)-C(19)	111(3)

Tabelle 3.18-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[\text{Hg}(\text{Kryptand } 21)(\text{Br})_2][\text{HgBr}_4]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(01)	38(1)	57(1)	42(1)	-1(1)	7(1)	-1(1)
Hg(02)	49(1)	48(1)	48(1)	3(1)	2(1)	-11(1)
Hg(03)	69(1)	47(1)	60(1)	-3(1)	5(1)	2(1)
Br(1)	59(2)	48(2)	49(2)	-3(1)	3(1)	7(2)
Br(2)	51(2)	66(2)	50(2)	9(2)	-3(1)	-6(2)
Br(3)	55(2)	73(2)	49(2)	-1(2)	-3(1)	9(2)
Br(4)	96(3)	60(2)	102(3)	2(2)	-35(2)	5(2)
Br(5)	101(3)	104(4)	91(3)	9(3)	49(3)	42(3)
Br(6)	97(3)	55(2)	74(2)	7(2)	-24(2)	-25(2)
O(1)	70(15)	52(13)	50(12)	-9(10)	28(11)	-23(11)
N(2)	62(16)	55(15)	29(11)	11(10)	14(10)	-34(13)
O(3)	43(12)	77(17)	67(14)	22(12)	23(10)	13(11)
N(4)	38(13)	32(13)	70(17)	9(11)	-2(11)	-6(10)
O(5)	43(13)	67(16)	99(19)	18(14)	5(12)	17(11)
C(1)	39(18)	100(30)	54(19)	-7(19)	-12(14)	-5(18)
C(2)	45(17)	70(20)	40(15)	-8(15)	13(12)	-12(15)
C(3)	70(20)	50(20)	58(19)	-23(16)	13(16)	-8(16)
C(4)	80(30)	70(20)	70(20)	-47(19)	26(19)	10(20)
C(5)	44(19)	100(30)	60(20)	10(20)	23(15)	-9(18)
C(6)	50(19)	50(20)	80(20)	-5(17)	34(17)	4(15)
C(7)	70(20)	50(20)	80(20)	-25(18)	-14(19)	6(17)
C(8)	41(19)	60(20)	100(30)	-10(20)	-2(18)	9(16)
C(9)	70(20)	60(30)	100(30)	-10(20)	50(20)	10(20)
C(10)	13(14)	160(50)	90(30)	20(30)	23(15)	10(20)
O(6)	72(16)	78(18)	57(14)	10(12)	1(12)	-20(14)
O(7)	40(12)	49(13)	76(15)	5(11)	7(10)	-12(10)
N(8)	32(13)	58(16)	47(14)	10(12)	-4(10)	-3(11)
O(9)	75(16)	80(18)	48(13)	-21(12)	7(11)	-21(14)
N(10)	42(14)	90(20)	39(14)	8(14)	16(11)	23(14)
C(11)	90(30)	180(60)	50(20)	-10(30)	40(20)	-60(40)
C(12)	22(15)	100(30)	70(20)	10(20)	19(14)	14(17)
C(13)	50(20)	120(40)	60(20)	10(20)	12(16)	0(20)
C(14)	50(19)	70(20)	52(18)	2(16)	25(14)	8(16)
C(15)	80(20)	33(17)	70(20)	7(15)	0(18)	-28(16)
C(16)	90(30)	60(20)	60(20)	25(18)	21(19)	-20(20)
C(17)	60(20)	120(40)	60(20)	-40(20)	31(18)	-10(20)
C(18)	80(20)	60(20)	70(20)	-5(19)	40(20)	0(20)
C(19)	80(20)	32(15)	28(13)	14(11)	-7(13)	-29(15)
C(20)	80(30)	60(30)	110(30)	0(20)	-20(20)	-50(20)

Tabelle 3.19-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 5)(HgI₂)₂] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	U_{eq}
Hg(1)	80(1)	3154(1)	3898(1)	42(1)
I(2)	-1342(1)	3660(1)	2035(1)	43(1)
I(3)	1213(1)	3864(1)	5766(1)	55(1)
C(1)	-106(4)	707(5)	3840(6)	28(2)
N(2)	456(4)	1464(4)	4011(5)	36(2)
C(3)	1220(5)	1262(6)	4160(7)	45(2)
C(4)	1495(5)	307(6)	4121(8)	50(2)
C(5)	945(5)	-459(6)	3907(7)	45(2)
C(6)	116(4)	-278(5)	3753(6)	33(2)
C(7)	-486(5)	-1045(5)	3548(7)	41(2)
C(8)	-1279(5)	-828(6)	3399(7)	44(2)
C(9)	-1514(5)	132(5)	3464(6)	37(2)
C(10)	-919(4)	892(5)	3721(6)	29(2)
O(11)	-1039(3)	1834(3)	3931(5)	37(1)
C(12)	-1874(5)	2077(6)	3756(6)	37(2)
C(13)	-1777(5)	3036(5)	4282(6)	40(2)
O(14)	-1360(4)	2843(4)	5334(5)	46(1)
C(15)	-1121(6)	3713(6)	5941(7)	48(2)
C(16)	794(6)	6574(6)	2988(7)	48(2)
O(17)	0	2863(5)	7500	40(2)

Tabelle 3.19-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 5)(HgI₂)₂].

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-N(2)	237.8(6)	C(8)-C(9)	139.8(10)
Hg(1)-I(3)	263.32(7)	C(9)-C(10)	138.3(9)
Hg(1)-I(2)	267.23(6)	C(10)-O(11)	137.3(8)
C(1)-N(2)	136.8(8)	O(11)-C(12)	142.6(8)
C(1)-C(10)	141.1(9)	C(12)-C(13)	150.1(11)
C(1)-C(6)	142.9(9)	C(13)-O(14)	140.0(10)
N(2)-C(3)	130.7(9)	O(14)-C(15)	142.5(10)
C(3)-C(4)	140.8(12)	C(15)-C(16)#1	148.6(13)
C(4)-C(5)	135.1(12)	C(16)-O(17)#1	141.8(8)
C(5)-C(6)	141.4(10)	C(16)-C(15)#1	148.6(13)
C(6)-C(7)	141.4(10)	O(17)-C(16)#2	141.8(8)
C(7)-C(8)	136.2(12)	O(17)-C(16)#1	141.8(8)

Tabelle 3.19-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 5)(HgI₂)₂].

Atome	Winkel	Atome	Winkel
N(2)-Hg(1)-I(3)	105.19(17)	C(7)-C(6)-C(1)	119.3(7)
N(2)-Hg(1)-I(2)	112.96(16)	C(8)-C(7)-C(6)	119.5(7)
I(3)-Hg(1)-I(2)	141.73(2)	C(7)-C(8)-C(9)	122.1(7)
N(2)-C(1)-C(10)	120.5(6)	C(10)-C(9)-C(8)	119.9(7)
N(2)-C(1)-C(6)	120.2(6)	O(11)-C(10)-C(9)	124.2(6)
C(10)-C(1)-C(6)	119.3(6)	O(11)-C(10)-C(1)	115.9(5)
C(3)-N(2)-C(1)	118.8(6)	C(9)-C(10)-C(1)	119.9(6)
C(3)-N(2)-Hg(1)	116.8(5)	C(10)-O(11)-C(12)	118.1(5)
C(1)-N(2)-Hg(1)	124.2(4)	O(11)-C(12)-C(13)	108.5(6)
N(2)-C(3)-C(4)	123.9(7)	O(14)-C(13)-C(12)	107.7(6)
C(5)-C(4)-C(3)	119.3(7)	C(13)-O(14)-C(15)	113.0(6)
C(4)-C(5)-C(6)	118.7(7)	O(14)-C(15)-C(16)#1	108.3(7)
C(5)-C(6)-C(7)	121.9(7)	O(17)#1-C(16)-C(15)#1	112.4(7)
C(5)-C(6)-C(1)	118.8(6)	C(16)#2-O(17)-C(16)#1	114.6(9)

Symmetrieoperationen : #1 -x,-y+1,-z+1 #2 x,-y+1,z+1/2

Table 3.19-4 : Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 5)(HgI₂)₂]

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	39(1)	40(1)	40(1)	0(1)	18(1)	-3(1)
I(2)	38(1)	52(1)	39(1)	6(1)	23(1)	10(1)
I(3)	61(1)	60(1)	36(1)	-5(1)	23(1)	-17(1)
C(1)	31(3)	24(3)	29(4)	1(3)	16(3)	3(2)
N(2)	30(3)	37(3)	43(4)	10(3)	21(3)	3(2)
C(3)	33(4)	45(4)	57(6)	20(4)	25(4)	4(3)
C(4)	37(4)	58(5)	61(6)	12(4)	30(4)	13(4)
C(5)	45(4)	42(4)	45(5)	5(4)	25(4)	15(3)
C(6)	37(4)	35(3)	28(4)	4(3)	20(3)	4(3)
C(7)	54(5)	26(3)	36(5)	-8(3)	22(4)	-4(3)
C(8)	47(4)	39(4)	46(5)	-11(4)	26(4)	-11(3)
C(9)	38(4)	38(4)	43(5)	-5(3)	28(4)	-7(3)
C(10)	36(4)	30(3)	24(4)	-1(3)	18(3)	-3(3)
O(11)	35(3)	29(2)	53(4)	0(2)	28(3)	-1(2)
C(12)	31(4)	47(4)	36(5)	-1(3)	21(3)	9(3)
C(13)	42(4)	44(4)	28(4)	3(3)	17(4)	8(3)
O(14)	56(3)	40(3)	35(3)	2(2)	22(3)	3(2)
C(15)	56(5)	42(4)	42(5)	4(4)	26(4)	17(3)
C(16)	54(5)	55(5)	41(5)	2(4)	31(5)	15(4)
O(17)	33(4)	34(3)	45(5)	0	18(4)	0

Tabelle 3.20-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [(Kryptand 5)₂{Hg(SCN)₂}₄] mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg1	-4724(1)	2905(1)	7990(1)	108(1)
Hg2	-3456(1)	0986(1)	7946(1)	74(1)
Hg3	0358(1)	0799(1)	7451(1)	77(1)
Hg4	1333(1)	2823(1)	8108(1)	73(1)
S1	-5850(5)	2411(2)	7012(5)	137(1)
S2	-3515(5)	3164(2)	9343(4)	121(1)
S3	-4901(4)	1336(2)	6998(3)	87(2)
S4	-1922(4)	0941(2)	9182(3)	110(2)
S5	1551(4)	0559(2)	8857(3)	91(2)
S6	-0688(4)	1329(2)	6529(4)	108(2)
S7	-0005(4)	2490(2)	6953(3)	110(2)
S8	2738(4)	2881(2)	9485(3)	97(2)
C1	-6076(18)	3719(7)	7284(15)	118(8)
C2	-6394(15)	4131(9)	6966(17)	122(9)
C3	-5963(19)	4373(7)	6537(16)	123(8)
C4	-5177(16)	4189(7)	6386(12)	85(6)
C5	-4623(17)	4416(6)	5990(13)	97(7)
C6	-3909(18)	4201(8)	5887(13)	107(8)
C7	-3683(16)	3808(7)	6174(13)	108(8)
C8	-4163(12)	3584(6)	6570(11)	72(5)
C9	-4925(12)	3775(6)	6693(10)	60(4)
C10	-3164(16)	2988(6)	6743(12)	121(8)
C11	-3228(18)	2521(7)	6888(13)	157(11)
C12	-2537(13)	2130(7)	8165(16)	106(7)
C13	-2539(19)	2075(7)	9083(17)	142(9)
C14	-3647(17)	1847(6)	9708(13)	124(8)
C15	-4458(16)	1568(6)	9512(12)	104(7)
C16	-4942(13)	0850(5)	9235(11)	84(6)
C17	-4539(12)	0423(4)	9341(10)	77(5)
C18	-3887(11)	-0032(5)	8562(11)	66(5)
C19	-3920(11)	-0385(5)	9026(12)	76(5)
C20	-3751(13)	-0782(6)	8814(12)	83(6)
C21	-3603(12)	-0842(5)	8054(16)	87(6)
C22	-3497(11)	-0499(7)	7583(13)	78(6)
C23	-3311(12)	-0521(6)	6781(13)	90(6)
C24	-3226(14)	-0166(8)	6356(12)	105(7)
C25	-3339(12)	0229(6)	6685(11)	87(6)
C26	-3653(12)	-0092(6)	7792(11)	68(5)
C27	-6850(17)	2634(6)	7016(16)	96(7)
C28	-2691(14)	3345(5)	9008(13)	90(6)
C29	-5508(14)	0943(6)	6291(12)	73(5)
C30	-1279(13)	0739(5)	8693(11)	82(6)
C31	-0732(12)	-0094(6)	6743(11)	75(5)
C32	-0948(12)	-0510(6)	6463(11)	73(5)
C33	-0473(14)	-0695(5)	6054(11)	82(6)
C34	0298(13)	-0489(5)	5944(10)	68(5)
C35	0894(13)	-0670(5)	5555(11)	72(5)
C36	1610(14)	-0440(7)	5465(12)	97(6)
C37	1745(12)	-0030(6)	5743(10)	78(5)
C38	1212(12)	0172(5)	6129(9)	60(4)
C39	0462(12)	-0060(5)	6256(9)	57(4)
C40	2064(13)	0824(5)	6288(10)	81(5)
C41	1895(14)	1266(5)	6466(13)	106(7)
C42	2419(12)	1687(5)	7770(11)	74(5)
C43	2388(14)	1725(5)	8619(12)	93(6)
C44	1307(15)	1779(5)	9319(13)	109(7)
C45	0413(14)	2023(5)	9242(12)	94(6)
C46	-0088(15)	2708(5)	9424(13)	104(7)

C47	0237(13)	3145(6)	9668(11)	92(6)
C48	0645(12)	3740(5)	8941(11)	72(5)
C49	0556(12)	4034(6)	9522(10)	83(5)
C50	0663(15)	4459(7)	9352(15)	107(8)
C51	0881(16)	4593(7)	8680(20)	128(10)
C52	1012(14)	4298(7)	8130(18)	96(7)
C53	1221(14)	4425(7)	7410(19)	103(7)
C54	1283(14)	4141(9)	6845(15)	110(8)
C55	1207(12)	3707(7)	7035(12)	87(6)
C56	0892(12)	3867(6)	8223(11)	62(5)
C57	2410(14)	0377(4)	8582(12)	73(5)
C58	-1664(14)	1242(6)	6687(13)	88(6)
C59	-0664(15)	2904(6)	6472(12)	91(6)
C60	3579(18)	2988(7)	9176(13)	126(8)
N1	-5375(11)	3562(4)	7133(9)	75(4)
N2	-3548(9)	0265(4)	7372(9)	67(4)
N3	-7542(14)	2789(5)	6948(13)	113(7)
N4	-2146(15)	3472(6)	8758(14)	161(9)
N5	-5922(12)	0672(5)	5847(11)	101(5)
N6	-0814(12)	0587(5)	8347(10)	119(6)
N7	-0055(10)	0135(3)	6659(8)	63(4)
N8	1055(9)	3584(4)	7716(10)	72(4)
N9	3017(14)	0242(5)	8436(12)	134(7)
N10	-2377(14)	1213(6)	6752(12)	136(7)
N11	-1182(15)	3163(5)	6089(12)	143(8)
N12	4150(20)	3071(12)	8969(18)	320(20)
O1	-3972(9)	3172(4)	6822(7)	85(4)
O2	-3165(15)	2437(4)	7747(12)	165(7)
O3	-3432(11)	1877(3)	8945(9)	104(4)
O4	-4161(9)	1146(4)	9481(7)	84(4)
O5	-4141(8)	0369(3)	8684(6)	72(3)
O6	1303(7)	0587(3)	6383(6)	61(3)
O7	1983(9)	1313(3)	7351(8)	96(4)
O8	1457(9)	1853(3)	8526(8)	82(3)
O9	0692(8)	2457(3)	9430(7)	82(4)
O10	0493(8)	3318(3)	8974(7)	81(3)

Tabelle 3.20-3 : Bindungswinkel (°) in [(Kryptand 5)₂{Hg(SCN)₂}]₄

Atome	Winkel	Atome	Winkel
S(2)-Hg(1)-S(1)	157.3(2)	S(6)-Hg(3)-S(5)	151.59(18)
S(1)-Hg(1)-N(12)	94.3(6)	S(6)-Hg(3)-N(6)	96.0(3)
S(2)-Hg(1)-N(12)	79.4(6)	S(5)-Hg(3)-N(6)	78.9(3)
N(1)-Hg(1)-O(1)	61.6(4)	N(7)-Hg(3)-O(6)	62.2(4)
O(1)-Hg(1)-O(2)	58.5(4)	O(6)-Hg(3)-O(7)	56.8(3)
S(3)-Hg(2)-S(4)	154.29(17)	S(7)-Hg(4)-S(8)	157.38(17)
S(3)-Hg(2)-N(10)	93.2(4)	S(7)-Hg(4)-N(3)	89.7(4)
S(4)-Hg(2)-N(10)	88.4(4)	S(8)-Hg(4)-N(3)	95.0(4)
N(2)-Hg(2)-O(5)	61.8(4)	N(8)-Hg(4)-O(10)	61.0(4)
O(5)-Hg(2)-O(4)	56.4(3)	O(10)-Hg(4)-O(9)	59.1(3)
		O(9)-Hg(4)-O(8)	57.5(3)

Tabelle 3.20-2 : Bindungslängen (pm) in [(Kryptand 5)₂{Hg(SCN)₂}]₄

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-S(2)	237.9(6)	C(10)-O(1)	140.6(18)
Hg(1)-S(1)	239.0(6)	C(10)-C(11)	151(2)
Hg(1)-N(12)	228.3(2)	C(11)-O(2)	139.9(19)
Hg(1)-N(1)	248.5(14)	C(12)-O(2)	134(2)
Hg(1)-O(1)	273.1(9)	C(12)-C(13)	152(2)
Hg(1)-O(2)	294.5(15)	C(13)-O(3)	142(2)
		C(14)-O(3)	141.9(18)
Hg(2)-S(3)	238.1(5)	C(14)-C(15)	144(2)
Hg(2)-S(4)	238.8(5)	C(15)-O(4)	142.1(17)
Hg(2)-N(10)	310.2(16)	C(16)-O(4)	143.2(17)
Hg(2)-N(2)	246.0(11)	C(16)-C(17)	146.9(17)
Hg(2)-O(5)	271.9(8)	C(17)-O(5)	144.1(13)
Hg(2)-O(4)	314.7(9)	C(18)-C(19)	136.5(18)
		C(18)-O(5)	136.8(16)
Hg(3)-S(6)	238.3(5)	C(18)-C(26)	145.6(19)
Hg(3)-S(5)	240.5(5)	C(19)-C(20)	135.8(19)
Hg(3)-N(7)	242.4(11)	C(20)-C(21)	137(2)
Hg(3)-O(6)	275.6(8)	C(21)-C(22)	138(2)
Hg(3)-N(6)	280.6(13)	C(22)-C(26)	138.2(19)
Hg(3)-O(7)	300.8(12)	C(22)-C(23)	146(2)
Hg(4)-S(7)	238.7(5)	C(23)-C(24)	136(2)
Hg(4)-S(8)	240.1(5)	C(24)-C(25)	140(2)
Hg(4)-N(3)	303(2)	C(25)-N(2)	129.4(16)
Hg(4)-N(8)	249.0(12)	C(26)-N(2)	136.7(16)
Hg(4)-O(10)	274.9(9)	C(31)-N(7)	130.8(17)
Hg(4)-O(9)	294.9(9)	C(31)-C(32)	139.3(19)
Hg(4)-O(8)	314.6(10)	C(32)-C(33)	130.6(19)
S(1)-C(27)	167(2)	C(33)-C(34)	141(2)
S(2)-C(28)	165.4(19)	C(34)-C(35)	142.1(19)
S(3)-C(29)	169.6(19)	C(34)-C(39)	144.2(18)
S(4)-C(30)	162.4(16)	C(35)-C(36)	136(2)
S(5)-C(57)	164.3(18)	C(36)-C(37)	137(2)
S(6)-C(58)	162.1(18)	C(37)-C(38)	136.8(18)
S(7)-C(59)	164.7(19)	C(38)-O(6)	137.4(15)
S(8)-C(60)	159(2)	C(38)-C(39)	143.4(19)
C(27)-N(3)	112(2)	C(39)-N(7)	136.0(15)
C(28)-N(4)	113.4(19)	C(40)-O(6)	143.5(15)
C(29)-N(5)	113.8(18)	C(40)-C(41)	147.7(18)
C(30)-N(6)	117.0(16)	C(41)-O(7)	141.2(17)
C(57)-N(9)	112.3(17)	C(42)-O(7)	139.5(16)
C(58)-N(10)	113(2)	C(42)-C(43)	141.9(18)
C(59)-N(11)	113.2(19)	C(43)-O(8)	141.2(18)
C(60)-N(12)	108(2)	C(44)-O(8)	142.7(16)
		C(44)-C(45)	152(2)
C(1)-N(1)	128(2)	C(45)-O(9)	143.8(16)
C(1)-C(2)	142(3)	C(46)-O(9)	142.1(19)
C(2)-C(3)	137(3)	C(46)-C(47)	147.2(19)
C(3)-C(4)	143(3)	C(47)-O(10)	145.0(15)
C(4)-C(9)	140(2)	C(48)-O(10)	136.4(15)
C(4)-C(5)	144(2)	C(48)-C(49)	138.1(19)
C(5)-C(6)	135(2)	C(48)-C(56)	143.2(19)
C(6)-C(7)	133(2)	C(49)-C(50)	140(2)
C(7)-C(8)	136(2)	C(50)-C(51)	134(2)
C(8)-O(1)	136.7(17)	C(51)-C(52)	137(3)
C(8)-C(9)	138.6(19)	C(52)-C(56)	140(2)
C(9)-N(1)	135.7(17)	C(52)-C(53)	140(3)
		C(53)-C(54)	132(2)
		C(54)-C(55)	143(2)
		C(55)-N(8)	129.0(17)
		C(56)-N(8)	131.5(16)

Tabelle 3.20-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von $[(\text{Kryptand } 5)_2\{\text{Hg}(\text{SCN})_2\}_4]$

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg1	99.5(8)	137.6(7)	98.3(6)	-3.3(5)	50.4(6)	-38.3(5)
Hg2	64.1(6)	86.8(5)	70.2(5)	14.3(4)	27.7(5)	5.7(4)
Hg3	67.9(6)	92.2(5)	72.9(5)	3.6(4)	31.2(5)	20.6(4)
Hg4	72.4(6)	75.4(4)	66.8(5)	-1.9(4)	22.8(5)	4.7(4)
S1	108(6)	86(4)	207(7)	-18(4)	53(6)	-23(4)
S2	115(6)	168(5)	93(4)	-30(4)	54(4)	-10(4)
S3	84(4)	76(3)	92(4)	7(3)	26(4)	19(3)
S4	88(5)	175(5)	57(3)	-16(3)	19(3)	34(4)
S5	96(5)	108(4)	76(4)	-1(3)	43(4)	24(3)
S6	96(5)	87(3)	145(5)	38(3)	54(4)	29(3)
S7	112(5)	78(3)	99(4)	-11(3)	1(4)	7(3)
S8	78(4)	138(4)	72(3)	-8(3)	26(4)	-7(3)
C1	110(2)	107(18)	160(20)	-20(16)	70(20)	-21(15)
C2	37(15)	160(30)	150(20)	-100(20)	14(16)	-21(16)
C3	60(2)	113(19)	130(20)	-41(16)	26(17)	-8(15)
C4	72(17)	109(18)	61(13)	-22(12)	14(13)	-13(14)
C5	110(2)	77(14)	73(15)	19(11)	2(15)	-15(14)
C6	110(2)	150(2)	57(14)	-27(15)	31(16)	-54(19)
C7	130(2)	116(17)	95(17)	-4(14)	65(17)	-16(17)
C8	38(12)	103(15)	70(13)	25(11)	18(11)	6(11)
C9	39(12)	76(13)	50(11)	-11(10)	5(10)	-2(10)
C10	180(3)	128(18)	93(16)	29(14)	90(18)	60(17)
C11	230(3)	160(20)	65(15)	-14(16)	45(18)	120(20)
C12	34(14)	118(18)	140(20)	-21(16)	8(15)	-18(12)
C13	130(3)	120(20)	140(20)	14(17)	10(20)	23(17)
C14	190(3)	102(17)	72(15)	4(12)	49(19)	-11(16)
C15	160(2)	85(15)	108(17)	10(13)	92(18)	-2(15)
C16	104(18)	93(14)	79(13)	15(11)	62(14)	-4(13)
C17	103(16)	60(11)	94(14)	12(9)	68(14)	6(10)
C18	46(13)	74(13)	67(12)	-10(11)	10(11)	-2(9)
C19	55(14)	52(11)	113(16)	24(11)	26(12)	2(9)
C20	69(15)	87(16)	66(13)	19(11)	1(12)	9(11)
C21	64(15)	30(10)	137(19)	1(12)	8(14)	5(9)
C22	39(12)	95(16)	92(16)	-34(13)	19(12)	13(10)
C23	42(13)	126(18)	82(17)	-23(13)	4(12)	34(12)
C24	72(17)	180(20)	57(14)	-2(15)	21(13)	38(16)
C25	77(16)	112(15)	69(14)	-12(11)	28(13)	34(11)
C26	60(14)	69(13)	65(13)	8(11)	15(12)	2(10)
C27	80(2)	65(15)	112(17)	39(13)	4(18)	-9(13)
C28	72(17)	52(11)	120(18)	-4(10)	13(15)	-18(10)
C29	64(15)	88(15)	71(14)	-6(11)	31(13)	8(11)
C30	74(15)	106(14)	76(13)	21(10)	41(13)	34(11)
C31	41(13)	94(14)	85(14)	-9(11)	22(12)	4(10)
C32	64(14)	102(15)	66(13)	10(11)	40(12)	-3(11)
C33	74(16)	86(13)	64(13)	7(10)	7(12)	-25(12)
C34	72(15)	73(13)	46(11)	4(9)	11(11)	34(11)
C35	68(15)	57(11)	86(14)	-18(9)	25(13)	6(10)
C36	63(17)	141(19)	72(14)	-20(14)	11(13)	31(14)
C37	54(14)	121(16)	52(12)	-5(11)	13(11)	23(12)
C38	63(14)	74(12)	36(10)	-1(9)	13(10)	19(10)
C39	67(14)	61(11)	34(9)	10(8)	10(10)	18(9)
C40	80(15)	108(14)	67(12)	-15(11)	42(12)	-20(12)
C41	120(20)	105(16)	112(18)	0(13)	67(17)	-28(13)
C42	70(15)	75(12)	75(13)	11(10)	25(12)	3(10)
C43	90(19)	96(14)	97(16)	-31(11)	44(16)	-17(12)
C44	140(20)	84(14)	122(18)	15(12)	71(18)	12(13)
C45	94(18)	60(12)	134(17)	-3(11)	53(15)	-6(11)
C46	130(20)	85(15)	113(17)	-11(13)	63(17)	-26(14)
C47	92(17)	139(17)	66(13)	8(12)	52(13)	26(13)

C48	76(15)	58(12)	58(12)	-11(10)	2(11)	-7(10)
C49	87(16)	104(15)	52(11)	-6(12)	22(12)	5(12)
C50	80(19)	57(16)	110(2)	-21(13)	-32(15)	28(12)
C51	73(19)	66(17)	190(3)	30(2)	0(2)	-11(12)
C52	60(16)	63(17)	150(2)	-13(15)	27(16)	-8(11)
C53	47(15)	88(17)	140(2)	9(16)	6(16)	-20(12)
C54	72(17)	160(2)	93(18)	59(17)	26(15)	16(16)
C55	77(16)	115(18)	67(14)	9(12)	27(13)	15(12)
C56	58(13)	59(12)	56(12)	-1(10)	8(10)	0(9)
C57	82(16)	44(10)	85(14)	1(9)	26(13)	11(9)
C58	67(16)	124(15)	82(15)	3(11)	40(15)	39(12)
C59	71(17)	73(14)	76(14)	-10(11)	-24(12)	-2(11)
C60	110(2)	200(2)	68(15)	-18(14)	35(17)	-34(17)
N1	61(11)	90(10)	88(11)	-14(8)	46(10)	-16(8)
N2	66(11)	81(10)	61(9)	-42(8)	31(9)	-6(7)
N3	104(19)	88(13)	98(13)	54(10)	-9(14)	-3(11)
N4	120(2)	176(19)	170(2)	-16(14)	44(17)	-91(15)
N5	80(15)	103(14)	95(14)	8(10)	10(12)	9(10)
N6	111(16)	168(15)	105(14)	52(11)	73(14)	54(12)
N7	69(11)	62(8)	71(10)	-6(7)	43(9)	6(7)
N8	73(12)	71(10)	75(11)	8(9)	33(10)	-16(8)
N9	95(17)	162(17)	145(17)	-28(13)	47(15)	31(13)
N10	109(19)	200(18)	108(15)	12(12)	54(15)	41(14)
N11	120(2)	91(14)	119(16)	-8(11)	-52(13)	9(12)
N12	170(3)	68(6)	180(3)	-80(3)	140(3)	-90(3)
O1	87(10)	97(9)	91(9)	8(7)	56(9)	20(7)
O2	25(2)	131(13)	123(14)	16(11)	86(16)	93(13)
O3	129(15)	87(9)	88(10)	-14(7)	34(11)	-36(8)
O4	98(11)	73(8)	99(9)	3(7)	57(9)	6(7)
O5	101(10)	65(7)	76(8)	2(6)	63(8)	5(6)
O6	34(7)	89(8)	56(7)	-1(6)	14(6)	1(6)
O7	144(13)	73(8)	70(9)	-18(7)	42(9)	-29(8)
O8	94(11)	77(8)	75(8)	-8(6)	34(9)	6(7)
O9	79(10)	76(8)	102(9)	-4(7)	47(9)	8(7)
O10	96(11)	81(8)	69(8)	-12(7)	37(8)	1(7)

Tabelle 3.21-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	1229(1)	4619(1)	315(1)	59(1)
K(1)	-972(3)	6985(2)	2824(5)	57(1)
O(1)	-2758(9)	7267(9)	1712(16)	72(4)
O(2)	-2510(10)	6294(7)	4290(20)	83(4)
O(3)	-694(12)	5848(8)	5096(16)	83(4)
O(4)	741(9)	6807(8)	4152(17)	73(4)
O(5)	505(9)	7845(9)	1653(18)	74(4)
O(6)	-1300(10)	8327(7)	1142(13)	67(3)
C(1)	-3503(14)	6989(14)	2630(30)	84(7)
C(2)	-3252(17)	6233(14)	3210(40)	97(8)
C(3)	-2290(20)	5629(12)	5060(40)	117(11)
C(4)	-1433(16)	5738(15)	6070(40)	102(8)
C(5)	117(16)	5942(14)	5910(30)	83(7)
C(6)	846(15)	6098(13)	4790(30)	84(6)
C(7)	1434(13)	7013(15)	3080(30)	86(6)
C(8)	1301(15)	7818(12)	2600(30)	81(6)
C(9)	287(17)	8583(14)	1230(30)	84(7)
C(10)	-554(15)	8589(13)	260(30)	85(6)
C(11)	-2105(15)	8294(13)	210(30)	81(6)
C(12)	-2901(14)	8034(12)	1300(20)	70(6)
C(21)	147(13)	5442(12)	390(20)	68(5)
N(22)	-432(16)	5821(14)	530(30)	116(8)
C(23)	1061(12)	3480(11)	-440(20)	62(4)
N(24)	986(14)	2888(9)	-830(20)	90(6)
C(25)	2129(12)	5004(9)	-2080(20)	47(4)
N(26)	2689(11)	5108(9)	-2980(20)	66(4)

Tabelle 3.21-2 : Bindungslängen (pm) in [K (18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-C(23)	214(2)	O(1)-C(12)	143(3)
Hg(1)-C(21)	215.3(19)	O(1)-C(1)	143(3)
Hg(1)-N(26)#1	220.0(19)	O(2)-C(3)	139(3)
Hg(1)-C(25)	251.7(16)	O(2)-C(2)	142(3)
K(1)-O(4)	275.8(14)	O(3)-C(4)	137(3)
K(1)-O(1)	281.2(13)	O(3)-C(5)	138(3)
K(1)-O(5)	282.2(14)	O(4)-C(6)	138(3)
K(1)-O(6)	282.6(12)	O(4)-C(7)	141(2)
K(1)-O(3)	283.0(13)	O(5)-C(9)	140(3)
K(1)-O(2)	284.3(14)	O(5)-C(8)	141(2)
K(1)-N(22)	296(2)	O(6)-C(10)	140(2)
K(1)-N(24)#2	302(2)	O(6)-C(11)	142(2)
C(21)-N(22)	109(2)	C(1)-C(2)	148(3)
C(23)-N(24)	111(2)	C(3)-C(4)	153(4)
C(25)-N(26)	113(2)	C(5)-C(6)	146(3)
		C(7)-C(8)	150(3)
		C(9)-C(10)	148(3)
		C(11)-C(12)	156(3)

Tabelle 3.21-3 : Bindungswinkel (°) in [K (18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Atome	Winkel	Atome	Winkel
C(23)-Hg(1)-C(21)	124.7(7)	O(4)-K(1)-N(24)#2	73.7(5)
C(23)-Hg(1)-N(26)#1	119.4(6)	O(1)-K(1)-N(24)#2	100.6(5)
C(21)-Hg(1)-N(26)#1	110.8(7)	O(5)-K(1)-N(24)#2	90.9(5)
C(23)-Hg(1)-C(25)	94.2(6)	O(6)-K(1)-N(24)#2	88.7(4)
C(21)-Hg(1)-C(25)	102.7(6)	O(3)-K(1)-N(24)#2	78.6(4)
N(26)#1-Hg(1)-C(25)	95.9(6)	O(2)-K(1)-N(24)#2	81.6(5)
O(4)-K(1)-O(5)	61.2(4)	N(22)-K(1)-N(24)#2	159.2(6)
O(1)-K(1)-O(6)	61.5(5)		
O(5)-K(1)-O(6)	59.4(4)	O(4)-K(1)-C(23)#2	81.8(4)
O(4)-K(1)-O(3)	60.5(5)	O(1)-K(1)-C(23)#2	92.6(4)
O(1)-K(1)-O(2)	59.8(5)	O(5)-K(1)-C(23)#2	80.8(4)
O(3)-K(1)-O(2)	60.2(5)	O(6)-K(1)-C(23)#2	70.8(4)
O(4)-K(1)-N(22)	87.1(5)	O(3)-K(1)-C(23)#2	96.6(4)
O(1)-K(1)-N(22)	98.5(5)	O(2)-K(1)-C(23)#2	91.2(4)
O(5)-K(1)-N(22)	86.8(6)	N(22)-K(1)-C(23)#2	166.3(6)
O(6)-K(1)-N(22)	107.6(6)	N(24)#2-K(1)-C(23)#2	17.9(4)
O(3)-K(1)-N(22)	85.0(6)		
O(2)-K(1)-N(22)	101.3(7)		

Symmetrieoperationen :

#1 -x,+1/2,-y+1,z+1/2 #2 -x,y+1/2,-z+1/2

#3 -x,y-1/2,-z+1/2 #4 -x+1/2,-y+1,z-1/2

Tabelle 3.21-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [K (18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	66(1)	62(1)	49(1)	-6(1)	1(1)	0(1)
K(1)	59(2)	55(2)	58(2)	7(2)	-4(2)	8(2)
O(1)	58(8)	101(10)	58(8)	-24(7)	-4(6)	8(7)
O(2)	84(9)	56(7)	108(12)	16(8)	1(9)	-22(6)
O(3)	125(12)	66(8)	58(9)	15(7)	2(8)	31(8)
O(4)	68(8)	85(9)	66(9)	-5(7)	-3(7)	21(7)
O(5)	67(9)	84(10)	72(9)	-5(8)	3(7)	-9(7)
O(6)	85(9)	71(7)	45(6)	4(6)	-16(8)	16(8)
C(1)	57(14)	106(17)	90(17)	-28(14)	-19(11)	2(11)
C(2)	79(15)	96(17)	120(20)	-23(16)	12(15)	-16(13)
C(3)	130(20)	56(12)	160(30)	32(15)	40(20)	-21(13)
C(4)	100(20)	98(16)	112(19)	63(16)	15(16)	8(14)
C(5)	102(16)	95(16)	52(11)	-3(11)	-17(13)	45(13)
C(6)	91(14)	102(15)	59(11)	-9(12)	-24(12)	50(12)
C(7)	50(13)	120(18)	89(16)	0(14)	3(11)	0(12)
C(8)	50(11)	105(16)	89(15)	-11(12)	-15(12)	-4(12)
C(9)	99(17)	99(17)	53(13)	-19(12)	25(12)	-5(13)
C(10)	102(16)	83(14)	69(13)	37(13)	11(13)	-5(11)
C(11)	122(17)	90(14)	31(10)	13(10)	-13(12)	34(13)
C(12)	78(14)	75(13)	57(13)	0(11)	-17(10)	31(11)
C(21)	61(10)	90(13)	54(10)	-1(12)	3(8)	21(11)
N(22)	120(17)	133(17)	95(16)	-16(14)	-2(13)	77(15)
C(23)	61(11)	81(12)	43(9)	-6(9)	0(9)	-8(9)
N(24)	128(17)	55(10)	86(12)	-20(9)	12(11)	-34(9)
C(25)	49(9)	48(8)	45(10)	-1(8)	14(8)	6(7)
N(26)	59(11)	68(10)	70(12)	-13(8)	-18(9)	2(8)

Tabelle 3.22-1 :

Atomkoordinaten [$\times 10^4$] und äquivalente isotrope Temperaturfaktoren U_{eq} [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [K (Benzo-18-Krone-6)] $\text{Hg}(\text{CN})_3$ mit Standardabweichungen in Klammern (σ)

Atome	x	y	z	$U(eq)$
Hg(1)	8670(1)	5700(1)	2099(1)	78(1)
K(2)	11580(2)	2865(5)	3845(2)	58(1)
O(1)	12001(6)	2311(11)	2547(4)	46(2)
O(2)	13260(6)	3720(13)	3587(5)	56(3)
O(3)	12890(7)	3787(12)	4922(5)	54(3)
O(4)	11037(7)	3509(13)	5084(5)	57(3)
O(5)	9966(6)	1433(12)	4113(5)	51(2)
O(6)	10565(7)	979(13)	2840(5)	63(3)
C(1)	12837(10)	3010(20)	2404(7)	57(4)
C(2)	13538(9)	2830(20)	3055(7)	57(4)
C(3)	13924(10)	3850(20)	4191(8)	67(5)
C(4)	13582(12)	4710(20)	4691(8)	68(5)
C(5)	12489(13)	4500(20)	5444(9)	79(6)
C(6)	11718(12)	3490(20)	5635(8)	69(4)
C(7)	10250(13)	2570(20)	5212(9)	84(6)
C(8)	9599(11)	2440(20)	4548(9)	75(5)
C(9)	9374(10)	1160(20)	3485(9)	70(5)
C(10)	9816(10)	150(20)	3055(9)	65(4)
C(11)	10448(9)	1757(16)	2214(7)	46(3)
C(12)	9656(9)	1900(20)	1772(9)	67(5)
C(13)	9643(13)	2700(20)	1141(9)	81(6)
C(14)	10418(12)	3360(30)	965(9)	78(5)
C(15)	11260(12)	3237(18)	1418(7)	60(4)
C(16)	11251(9)	2442(16)	2052(7)	44(3)
C(21)	9848(10)	5638(17)	2844(8)	50(3)
N(22)	10451(10)	5510(17)	3232(8)	76(4)
C(23)	7712(13)	3860(20)	2355(9)	63(4)
N(24)	7183(11)	2970(20)	2497(8)	85(5)
C(25)	8371(15)	6210(20)	1064(12)	85(6)
N(26)	8150(20)	6390(30)	493(11)	158(11)

Tabelle 3.22-2 : Bindungslängen (pm) in [K (Benzo-18-Krone-6)] $\text{Hg}(\text{CN})_3$

Bindung	Abstand	Bindung	Abstand
Hg(1)-C(25)	208(2)	O(5)-C(8)	138.3(18)
Hg(1)-C(21)	210.5(16)	O(5)-C(9)	142.4(18)
Hg(1)-C(23)	221(2)	O(6)-C(11)	138.9(17)
Hg(1)-N(24)#1	249.1(18)	O(6)-C(10)	143.7(17)
K(2)-O(2)	273.0(10)	C(1)-C(2)	153.4(18)
K(2)-O(3)	276.3(9)	C(3)-C(4)	139(2)
K(2)-O(4)	276.5(10)	C(5)-C(6)	152(3)
K(2)-O(1)	278.9(9)	C(7)-C(8)	151(2)
K(2)-O(6)	279.2(10)	C(9)-C(10)	144(2)
K(2)-O(5)	281.5(10)	C(11)-C(12)	135.8(19)
K(2)-N(22)	292.6(14)	C(11)-C(16)	141.1(19)
O(1)-C(16)	136.8(15)	C(12)-C(13)	142(3)
O(1)-C(1)	144.6(16)	C(13)-C(14)	137(3)
O(2)-C(2)	140.6(17)	C(14)-C(15)	142(2)
O(2)-C(3)	143.2(17)	C(15)-C(16)	143(2)
O(3)-C(5)	141.(2)	C(21)-N(22)	109.0(19)
O(3)-C(4)	142.5(19)	C(23)-N(24)	115(2)
O(4)-C(6)	136.7(17)	N(24)-Hg(1)#2	249.1(18)
O(4)-C(7)	146.9(19)	C(25)-N(26)	114(2)

Tabelle 3.22-3 : Bindungswinkel (°) in [K (Benzo-18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Atome	Winkel	Atome	Winkel
O(2)-K(2)-O(1)	61.3(3)	C(25)-Hg(1)-C(21)	136.2(7)
O(2)-K(2)-O(3)	61.2(3)	C(25)-Hg(1)-N(24)#1	97.1(6)
O(3)-K(2)-O(4)	61.8(3)	C(21)-Hg(1)-N(24)#1	101.8(5)
O(1)-K(2)-O(6)	54.7(3)	C(23)-Hg(1)-N(24)#1	94.4(6)
O(4)-K(2)-O(5)	62.2(3)	C(25)-Hg(1)-C(23)	109.0(7)
O(6)-K(2)-O(5)	60.8(3)	C(21)-Hg(1)-C(23)	108.5(6)

Tabelle 3.22-4 :

Anisotrope Temperaturfaktoren [$\text{pm}^2 \times 10^{-1}$] von [K (Benzo-18-Krone-6)] Hg(CN)₃

Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Hg(1)	73(1)	76(1)	79(1)	5(1)	-9(1)	-5(1)
K(2)	43(2)	80(2)	49(2)	-11(2)	5(1)	-9(2)
O(1)	41(5)	54(6)	43(5)	0(4)	4(4)	-11(4)
O(2)	37(5)	72(7)	56(6)	3(5)	4(4)	-3(5)
O(3)	65(6)	49(6)	45(6)	-12(4)	-3(5)	-5(5)
O(4)	58(6)	61(6)	53(6)	2(5)	14(5)	0(5)
O(5)	48(5)	54(6)	49(6)	-9(5)	6(5)	0(5)
O(6)	54(6)	86(8)	46(6)	-10(5)	1(5)	-23(6)
C(1)	56(8)	59(10)	58(9)	7(8)	11(7)	-7(8)
C(2)	43(7)	62(10)	65(10)	-3(8)	2(7)	2(7)
C(3)	47(8)	83(13)	66(11)	20(9)	-7(8)	-27(8)
C(4)	76(11)	86(13)	41(9)	-8(8)	6(8)	-32(10)
C(5)	87(12)	71(12)	64(11)	-13(9)	-29(10)	9(10)
C(6)	86(12)	66(11)	52(9)	5(8)	7(9)	3(10)
C(7)	106(14)	80(13)	79(12)	-6(10)	48(12)	-16(11)
C(8)	56(10)	104(15)	73(12)	-12(11)	32(9)	-12(10)
C(9)	35(7)	94(13)	85(12)	-9(10)	17(8)	-17(8)
C(10)	44(8)	77(11)	75(11)	-12(9)	16(8)	-32(8)
C(11)	53(8)	36(8)	52(8)	-18(6)	14(7)	7(7)
C(12)	23(6)	83(12)	92(13)	-36(10)	4(7)	9(7)
C(13)	84(13)	77(13)	69(12)	-29(10)	-29(10)	26(11)
C(14)	69(11)	93(14)	68(11)	1(10)	-2(9)	3(11)
C(15)	82(11)	44(9)	55(9)	-10(7)	15(8)	-11(8)
C(16)	47(7)	43(8)	43(7)	-7(6)	6(6)	6(6)
C(21)	48(8)	48(8)	56(9)	3(8)	17(7)	-7(8)
N(22)	66(9)	76(11)	83(10)	7(8)	4(8)	21(8)
C(23)	85(12)	39(9)	60(10)	2(7)	-5(9)	5(8)
N(24)	79(10)	67(11)	101(12)	20(9)	-9(9)	17(9)
C(25)	114(16)	53(11)	94(15)	11(10)	29(13)	21(11)
N(26)	260(30)	144(19)	71(13)	29(13)	17(16)	70(20)

6. Literaturverzeichnis

- [1] W. Friedrich, P. Knipping und M. Laue,
Sitzungsbericht der (Kgl.) Bayerischen Akademie der Wissenschaften, 303 (**1912**).
- [2] W.L.Bragg, Proc. R. Soc. London A89,248-277 (**1913**).
- [3] R3m/V Data Collection Manual, Nicolet Instruments Co.,Madison (1987).
- [4] CAD4 Operators Manual, Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands (1988).
- [5] SMART, Area Detector Control and Integration Software,
Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA (1995).
- [6] XDISK, Siemens Data Reduction Program,
Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA (1989).
- [7] R. Fröhlich, XCAD4, Program for Data Reduction, Universität Münster (1994)
- [8] SAINT, Software Reference Manual, Version 4.0,
Siemens Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA 1994; 1996.
- [9] International Tables for Crystallography, Vol. A : Space Group Symmetry, D. Reidel
Publishing Company, Dordrecht : Holland, Boston : USA (1983).
- [10] XPREP, Data Preparation & Reciprocal Exploration, Ver 5.04/IRIX, 1990-6
Siemens Analytical X-ray Instruments Inc.
- [11] H.D. Flack, Acta Crystallogr. A39, 876 (1983)
- [12] G.M. Sheldrick, SHELXS-97, Program for Crystal Structure Solution, Göttingen 1997.
- [13] G.M. Sheldrick, SHELXS-86, Program for Crystal Structure Solution, Göttingen 1986.
- [14] D. Sayre, Acta Crystallogr. 5, 60 (1952)
- [15] H. Hauptmann, J. Karle, Solutions of the Phase Problem. I. The Centrosymmetrical Crystal,
ACA Monograph3, Polycrystal Book Service, Pittsburgh, PA (1953)
- [16] G.M. Sheldrick, SHELXS-97, Program for the Refinement of Crystal Structures, Göttingen 1997.
- [17] G.M. Sheldrick, SADABS, Empirical Absorption Correction Program, Göttingen 1996.
- [18] N. Walker, D. Stuart, DIFABS, Acta Cryst. **A39**, 158 (1983).
- [19] G.A. Jeffrey, M. Vlasse , Inorganic Chemistry, Vol.6, No.2, February **1967**
- [20] G. Lal, G.K. Chadha, G.C. Trigunayat, Acta Cryst. (**1971**). B27, 2292
- [21] J. Hvoslef, Acta Chem. Scan., 12 (**1958**) 1568
- [22] R.C. Seccombe, C.H. L. Kennard, J. Organometal. Chem., 18 (**1969**) 243-247

-
- [23] A.L. Beachamp, D. Goutier, Can. J. Chem. 50, 977 (**1972**).
- [24] J. March, Advanced Organic Chemistry, 4th Edition, 1992
- [25] R.M. Izatt, S.R. Izatt, D.W. McBride, et al., Isr. J. Chem., 25, No.1, 27 (**1985**)
- [26] R.M. Izatt, R.L. Bruening, W. Geng, et al., Anal. Chem., 59, No. 19, 2405 (**1987**)
- [27] Tebbe, K.-F. & Kavoosian, A. (**1993**), Z. Naturforsch. Teil B, 48, 438-442
- [28] M.Hoyer, H. Hartl, Z. Anorg. Allg. Chem. 612, 45 (**1992**)
- [29] A. Bach, M. Hoyer, H. Hartl, Z. Naturforsch, 52b, 1497-1500 (**1997**)
- [30] A.L. Spek, PLUTON-92, Molecular Graphics Program, Univ. of Utrecht, The Netherlands (1992)
- [31] A.L. Spek, PLATON, Acta Crystallogr., A46, C34 (1990)
- [32] E.Keller, SCHAKAL 88 1988, Universität Freiburg
- [33] Klaus Brandenburg, DIAMOND Version 2.1c, 1996-1999, Crystal Impact GbR
- [34] G.M. Sheldrick, CIFTAB, Program for Crystal Structure Report Generation, Univ. of Göttingen, Germany (1993)
- [35] H. Hemling, TABELLE, Hilfsprogramm zur Tabellierung von Röntgenstrukturdaten auf PC (1992)
- [36] J. Pickardt, B.Kühn, J. Chem Soc., Chem. Commun. **1995**, 451.
- [37] J. Pickardt, S.Wiese, Z. Naturforsch. 52b, 847-850 (**1997**)
- [38] H. Stenger, F. Wellner, K. Dehnicke, Z. Anorg. Allg. Chem. **1995**, 606, 109.
- [39] R.A. Bartlett, H.V.R. Dias, H. Hope, B.D. Murray, M.M. Olmsteadt, P.P. Power, J. Am. Chem. Soc. **1986**, 108, 6921
- [40] J.Pickardt, P. Wischlinski, Z.Anorg. Allg. Chem. **1999**, 625, 1527-1531
- [41] R. Sjövall and C. Svensson, Acta Cryst. (**1988**). C44, 207-210.
- [42] C. Dai-Rong, H. Qing-Ping, M. Yong-De, f. Yue-Peng, J.Struct. Chem., 13 (**1994**), 235.
- [43] M.Cannas, G. Carta, A. Cristini, G. Marongiu, J.C.S. Dalton, 5/792 (**1975**) 300-301.
- [44] J.W. Bats, P.Coppens, Å. Kvik, Acta Cryst. **1977**, B33, 1534.
- [45] J.W. Bats, P.Coppens, Acta Cryst. **1977**, B33, 1542.
- [46] H. Zang, X. Wang, B.K.Theo, J. Am. Chem. Soc. **1996**, 118, 11813.
- [47] J. Pickardt, S. Dechert, Z. anorg. Allg. Chem., **1999**, 625, 153-159.

-
- [48] J.A. Rusanova, P.J. Squattrito, V.V. Ponomareva, K.V. Domasevitch, V.N. Kokozay, *Z. Naturforschung, Teil B*, 54, 1129, **1999**
- [49] Holleman-Wiberg, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 91.-100. Aufl., S. 954, Walter de Gruyter, 1985
- [50] M.Mercer, M.R. Truter, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 2469, **1973**
- [51] N.P. Rath, E.M. Holt, *Chem. Commun.*, 665, **1985**
- [52] Holleman-Wiberg, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 91.-100. Aufl., S. 926, Walter de Gruyter, 1985
- [53] D.L. Hughes, C.L. Mortimer, M.R. Truter, *Acta Crystallogr., Sect B*, 34, 800, **1978**
- [54] D.L. Hughes, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 2374, **1975**
- [55] P. Dapporto, P. paoli, I. Matijasic, L. Tusek-Bozic, *Inorg. Chim. Acta*, 282, 76, **1998**
- [56] I.R. Hanson, D.L. Hughes, M.R. Truter, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, 972, **1976**
- [57] A.N. Chekhlov, I.V. Martynov, *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 362, 648, **1998**
- [58] D. Moras, B. Metz, M. Herceg, R. Weiss, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 551, **1972**
- [59] A.N. Chekhlov, *Koord. Khim.*, 26, 73, **2000**
- [60] L. Kh. Minacheva, M.L. Tul'chinskii, S.V. Bocharov, V.G. Sakharova, A. Yu. Tsivadze, M.A. Porai-Koshits, *Koordinatsionnaya Khimiya*, Vol. 15, No. 12, pp. 1629-1635, December, **1989** (**1990** Plenum Publishing Corporation)
- [61] J. Pickardt, G.-T. Gong, *Z. Naturforschung*, **1993**, 48b, 23
- [62] J. Pickardt, J. Shen, G.-T. Gong, *Z. Naturforsch.* **1995**, 50b, 833
- [63] W.H. Watson, F. Vogtle, W.H. Muller, *Acta Crystallogr., Sect. C (Cr. Str. Comm.)*, 44, 141, **1988**
- [64] A.N. Chekhlov, I.V. Martynov, *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 363, 362, **1998**
- [65] M. Cannas, G. Carta, A. Cristini, G. Marongiu, *J.C.S. Dalton*, **1976**, 300-301
- [66] M. Drew, K.C. Lee, K.F. Mok, *Inorganica Chimica Acta*, 155 (**1989**) 39-43
- [67] J. Pickardt, P. Wischlinski, *Z. Allg. Chem.* **1999**, 625, 1527-1531
- [68] A.F. Wells, *Structural Inorganic Chemistry*, 5. Aufl., S. 1161, Oxford University Press, Oxford 1984
- [69] M.I. Saleh, A. Salhin, B. Saad, K. Sivakumar, H.-K. Fun, *Acta Crystallogr., Sect. C (Cr. Str. Comm.)*, 52, 1509, **1996**
- [70] M. El Essawi, S. Abd El Khalik, K.-F. Tebbe, *Acta Cryst. C* 52, 818 (**1996**).
- [71] J. Pickardt, P. Wischlinski, *Z. Kristallogr.* 210, 893 (**1995**).

-
- [72] J.Pickardt, J. Shen, G.-T. Gong, Z. Naturforsch. 50b, 1 (**1995**).
- [73] J. Pickardt, S. Wiese, Z. Naturforsch. 52b, 847 (**1997**).
- [74] J.Pickardt, S. Wiese, P. Wischlinski, Z. Naturforsch. 52b, 1296 (**1997**).
- [75] G. Weber, W. Saenger, Acta Crystallogr. B36, 424 (**1980**).
- [76] W. Saenger, H. Brand, Acta Crystallogr. B35, 838 (**1979**).
- [77] G. Weber, W. Saenger, Acta Crystallogr. B35, 1346 (**1979**).
- [78] J. Pickardt, Shen, Gong, Z. Naturforsch., 50b, 1 (**1995**)
- [79] D.A. Pears, J.F. Stoddard, J.Crosby, B.L.Allwood, J.D. Williams,
Acta Crystallogr. C42,51 (1986)
- [80] K.-F. Tebbe, I. Dombrowski, Z. anorg. Allg. Chem. **1999**, 625, 167-174

Lebenslauf

Sven Wiese

Geburtstag und -ort 06.10.1970 in Berlin

Eltern : Regine Wiese, geb. Meisch
 Thomas Wiese

1976-82 Besuch der Paul-Schneider-Grundschule in Berlin-Steglitz

1982-89 Besuch des Tannenberg-Gymnasiums in Berlin-Steglitz

30.05.1989 Erlangung der allgemeinen Hochschulreife

WS 1989 Beginn des Studiums der Chemie an der Technischen Universität Berlin

06.11.1991 Vordiplom Chemie

1996/97 Diplomarbeit über "Synthese und Untersuchung von Metallkomplexen mit makrozyklischen Liganden" bei Prof. Dr.-Ing. J. Pickardt

30.01.1997 Abschluss : Diplom Chemie

1998 Beginn der Dissertation "Strukturchemische Untersuchungen an Komplexen von Kronenethern und verwandten Liganden mit Verbindungen der Elemente der II. Nebengruppe" bei Prof. Dr.-Ing. J. Pickardt